



TUGAS AKHIR - TM141585

PENGARUH VOLTASE PENGISIAN TERHADAP MODE KERUSAKAN BATERAI VRLA

AWAN NUGROHO
NRP 2114 105 008

Dosen Pembimbing
Suwarno, ST., M.Sc., Ph.D.

JURUSAN TEKNIK MESIN
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA 2016



FINAL PROJECT - TM141585

INFLUENCE OF CHARGING VOLTAGE TO FAILURE MODES OF VRLA BATTERY

AWAN NUGROHO
NRP 2114 105 008

Supervisor
Suwarno, ST., M.Sc., Ph.D.

MECHANICAL ENGINEERING DEPARTMENT
INDUSTRIAL TECHNOLOGY FACULTY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA 2016

PENGARUH VOLTASE PENGISIAN TERHADAP MODE KERUSAKAN BATERAI VRLA

TUGAS AKHIR

**Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Teknik
Pada
Program Studi S-1 jurusan Teknik Mesin
Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember**

Oleh:

**AWAN NUGROHO
NRP. 2114105008**

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Suwarno, ST., MSc., PhD. (Pembimbing)
(NIP. 198005202005011003)
2. Ika Dewi Wijayanti, ST., MSc. (Penguji I)
(NIP 198512022014042002)
3. Indra Sidharta, ST., MSc. (Penguji II)
(NIP. 198006192006041004)
4. Ir. Witantyo, M.Eng.Sc. (penguji III)
(NIP. 196303141988031002)

**SURABAYA
JULI, 2016**

PENGARUH VOLTASE PENGISIAN TERHADAP MODE KERUSAKAN BATERAI VRLA

Nama Mahasiswa : Awan Nugroho
NRP : 2114105008
Jurusan : Teknik Mesin FTI-ITS
Dosen Pembimbing : Suwarno, ST., MSc., PhD

Abstrak

Baterai *lead-acid* merupakan salah satu penyimpan energi listrik yang banyak digunakan. Disamping harganya yang relatif murah, baterai ini sangat cocok digunakan pada starter kendaraan bermotor karena dapat menghasilkan arus yang tinggi. Namun proses *charge* yang tidak sesuai akan menimbulkan kegagalan yang berakibat pada berkurangnya *life time* baterai. Kegagalan-kegagalan tersebut antara lain: korosi pada *grid*, evolusi gas, pertumbuhan *grid*, dan *sulfation*.

Pada tugas akhir ini akan dilakukan studi eksperimen tentang pengaruh voltase pengisian terhadap mode kerusakan baterai *valve regulated lead acid* (VRLA). Dalam eksperimen ini menggunakan tiga baterai yang mempunyai kapasitas yang sama. Ketiga spesimen akan dilakukan *discharge* dengan voltase -2,7% *open circuit potential* (OCP), kemudian spesimen pertama, spesimen kedua, dan spesimen ketiga masing-masing secara beurutan akan dilakukan *charge* dengan voltase +3,3%OCP, +5,3%OCP, dan +7,3%OCP. Eksperimen dilakukan dengan menggunakan Autolab PGSTAT302N. Selain itu juga dilakukan uji *scanning electron microscope* (SEM) dan *X-ray defraction* (XRD) pada aktif material di elektroda negatif dan positif.

Hasil analisa menunjukkan degradasi kapasitas *charge* terbesar pada pengujian +5,3%OCP, +7,3%OCP, dan +3,3%OCP, sedangkan degradasi kapasitas *discharge* terbesar pada pengujian +5,3%OCP, +3,3%OCP, dan +7,3%OCP. Salah satu indikator

INFLUENCE OF CHARGING VOLTAGE TO FAILURE MODE OF VRLA BATTERY

Name : Awan Nugroho
NRP : 2114105008
Major : Mechanical Engineering FTI-ITS
Supervisor : Suwarno, ST., MSc., PhD

Abstrack

Lead-acid battery is one of electrical energy storage that has been widely used. It is cheap and suitable for application in a motor vehicle starter because it can produce high currents. However, improper charging will cause failures that reduce battery life. These failures include: corrosion on the grid, gas evolution, the growth of the grid, and sulfation.

In this final project, the experimental studies on the effect of voltage charging to failure mode of valve regulated lead acid (VRLA) battery has been performed. Three batteries with same capacity have been used in this experiment. All specimens have been discharged with a voltage of -2.7% open circuit potential (OCP) and subsequently charged with a voltage of +3.3%OCP, +5.3%OCP, and +7.3%OCP for specimen 1, 2 and 3, respectively. Battery characteristic was done in using Autolab PGSTAT302N. A microscope scanning electron (SEM) and X-ray diffraction (XRD) in the active material for both positive and negative electrode sides conducted.

The results were showed that the degradation of charge capacity in descending order was found by testing using +5.3%OCP, +7.3%OCP, dan +3.3%OCP. In other hand, the degradation of discharge capacity in descending order was found by testing using +5.3%OCP, +3.3%OCP, dan +7.3%OCP. The large grain size indicated the battery damage. According to SEM test, the size of lead sulfate grain in descending order was found by testing using +5.3%OCP, +3.3%OCP, dan +7.3%OCP.

Keywords: VRLA battery, life time, voltage, active material, capacity

kerusakan baterai adalah ukuran besar butir, pengujian SEM rata-rata ukuran besar butir *lead sulfate* paling besar pada pengujian +5,3%OCP, +3,3%OCP, dan +7,3%OCP.

Kata kunci : baterai VRLA, *life time*, voltase, aktif material, kapasitas

DAFTAR ISI

LEMBAR JUDUL

PENGESAHAN

ABSTRAK..... v

ABSTRACT vi

KATA PENGANTAR viii

DAFTAR ISI..... ix

DAFTAR GAMBAR xii

DAFTAR TABEL..... xv

DAFTAR SIMBOL xvi

DAFTAR LAMPIRAN xvii

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang..... 1

1.2 Rumusan Masalah..... 2

1.3 Tujuan Penelitian..... 2

1.4 Batasan Masalah..... 2

1.5 Manfaat Hasil Penelitian 3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Baterai 4

2.2 Baterai *Lead-Acid* 5

2.3 Kegagalan pada Baterai *Valve Regulated Lead Acid* 9

2.3.1. *Grid Corrosion*..... 9

2.3.2. *Gas Evolution*..... 10

2.3.3. *Grid Growth* 10

2.3.4. *Sulphation*..... 11

2.4	Aturan Pengisian (<i>charge regime</i>) pada Baterai <i>Valve Regulated Lead-Acid</i>	12
2.4.1.	Tegangan Konstan (CV).....	13
2.4.2.	Arus Konstan (CI).....	14
2.4.3.	Arus Konstan-Tegangan Konstan (CICV).....	14
2.4.4.	Arus Konstan-Tegangan Konstan- Tegangan Konstan (CICVCV)	15
2.4.5.	<i>Intermitten Charge</i> (IC).....	16
2.4.6.	<i>Interrupted Charge Control</i> (ICC)	16

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Persiapan Peralatan dan Bahan	18
3.1.1	Bahan.....	18
3.1.2	Peralatan	18
3.2	Diagram Alir Penelitian	18
3.3	Pembuatan Spesimen	19
3.3.1	Pembuatan Spesimen Pengujian Autolab	19
3.3.2	Pembuatan Spesimen Uji SEM dan XRD sebelum Pengujian Autolab	21
3.3.2.1	Pembuatan Spesimen Uji SEM	21
3.3.2.2	Pembuatan Sample Uji XRD.....	22
3.3.3	Pembuatan Spesimen Uji SEM dan XRD setelah Pengujian Autolab	23
3.4	Pengujian menggunakan Autolab.....	23
3.5	Pengujian SEM.....	27
3.6	Pengujian XRD	28

BAB IV ANALISA DAN PEMBAHASAN

4.1.	Hasil Pengujian Degradasi Kapasitas	30
4.1.1.	Data Perbandingan Degradasi Kapasitas	30
4.1.1.1.	Data Pengujian Pada +3,3%OCP	30
4.1.1.2.	Data Pengujian Pada +5,3%OCP	31
4.1.1.3.	Data Pengujian Pada +7,3%OCP	32
4.1.1.4.	Perbandingan Grafik Kapasitas Siklus Pertama dan Terakhir	33
4.1.2.	Analisa Hasil Pengujian Degradasi Kapasitas	35

4.1.2.1. Analisa Degradasi Kapasitas Selama Proses <i>Charge</i>	36
4.1.2.2. Analisa Degradasi Kapasitas Selama Proses <i>Discharge</i>	39
4.2. Hasil Pengujian XRD	41
4.2.1. Data dan Hasil Analisa XRD Pada Elektroda Negatif Masing-Masing Spesimen.....	41
4.2.2. Data dan Hasil Analisa XRD Pada Elektroda Positif Masing-Masing Spesimen.....	42
4.3. Hasil Pengujian SEM	44
4.3.1. Data Perbandingan Pengujian SEM.....	45
4.3.2. Analisa Hasil Pengujian SEM.....	46
4.4. Diskusi.....	48

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan.....	50
5.2. Saran.....	51

DAFTAR PUSTAKA	52
-----------------------------	----

LAMPIRAN

BIODATA PENULIS

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Prediksi nilai penjualan baterai <i>lead-acid</i> dari tahun 2012 sampai tahun 2020 untuk sektor transportasi, <i>stationary</i> , dan <i>motive</i> [7].....	1
Gambar 2.1 Reaksi elektrokimia pada saat (a) <i>charge</i> (b) <i>discharge</i> pada 1 sel [2].	4
Gambar 2.2 Konstruksi <i>lead-acid</i> baterai [4].	5
Gambar 2.3 Siklus internal oksigen dalam baterai <i>valve regulated lead-acid</i> [7].....	6
Gambar 2.4 Lapisan korosi dan lapisan <i>interlayer</i> pada <i>grid</i> elektroda positif [8]	9
Gambar 2.5 Proses pembentukan <i>lead sulfate</i> [10].	11
Gambar 2.6 Mode ideal pada <i>charge regime</i> [6].	12
Gambar 2.7 <i>Charge cycle</i> untuk tipe tegangan konstan(CV)[6]....	13
Gambar 2.8 <i>Charge cycle</i> untuk arus konstan (CI)[6].....	14
Gambar 2.9 <i>Charge cycle</i> untuk arus konstan- tegangan konstan (CICV)[6]	15
Gambar 2.10 <i>Charge cycle</i> untuk tipe CICVCV [6].	15
Gambar 2.11 <i>Charge cycle</i> untuk tipe IC [6].	16
Gambar 2.12 <i>Charge cycle</i> untuk tipe ICC [6].....	16
Gambar 3.1 Diagram alir penelitian	19
Gambar 3.2 Spesimen awal (a) tampak samping (b) tampak atas (c) elektrolit.....	20
Gambar 3.3 Spesimen pengujian untuk Autolab.	20
Gambar 3.4 Susunan elektroda dalam 1 sel.....	21
Gambar 3.5 (a) Elektroda positif (b) sample uji SEM elektroda positif	21
Gambar 3.6 (a) Elektroda negatif (b) sample uji SEM elektroda negatif	22
Gambar 3.7 (a) Elektroda positif (b) spesimen uji XRD elektroda positif	22
Gambar 3.8 (a) Elektroda negatif (b) spesimen uji XRD elektroda negatif	22
Gambar 3.9 Peralatan Autolab.....	23

Gambar 3.10 Skema pengujian spesimen menggunakan Autolab .	24
Gambar 3.11 Parameter pengujian metode <i>open circuit potential</i>	25
Gambar 3.12 Parameter pengujian metode <i>chrono charge discharge potensiostatic</i>	26
Gambar 3.13 Alat uji SEM.....	27
Gambar 3.14 (a) Alat <i>sputter coater carbon</i> (b) spesimen setelah dilakukan <i>coating</i>	28
Gambar 3.15 <i>Chamber SEM</i>	28
Gambar 3.16 Alat uji XRD.....	29
Gambar 4.1 Hasil OCP (a) sebelum (b) sesudah pengujian <i>chrono charge discharge</i> pada pengujian +3,3% OCP.....	30
Gambar 4.2 Grafik degradasi kapasitas setiap siklus pada pengujian +3,3% OCP.	31
Gambar 4.3 Hasil OCP (a) sebelum (b) sesudah pengujian <i>chrono charge discharge</i> pada pengujian +5,3% OCP.....	31
Gambar 4.4 Grafik degradasi kapasitas setiap siklus pada pengujian +5,3% OCP.....	32
Gambar 4.5 Hasil OCP (a) sebelum (b) sesudah pengujian <i>chrono charge discharge</i> pada pengujian +7,3% OCP.....	32
Gambar 4.6 Grafik degradasi kapasitas setiap siklus pada pengujian +7,3% OCP.	33
Gambar 4.7 Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus pertama selama proses <i>charge</i>	33
Gambar 4.8 Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus terakhir selama proses <i>charge</i>	34
Gambar 4.9 Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus pertama selama proses <i>discharge</i>	34
Gambar 4.10 Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus terakhir selama proses <i>discharge</i>	35
Gambar 4.11 Contoh grafik luasan kapasitas siklus pertama selama proses <i>charge</i>	35
Gambar 4.12 Grafik degradasi kapasitas selama proses <i>charge</i> ...	36
Gambar 4.13 Perbandingan grafik <i>charge</i> ke 4 dengan 40	

	pada pengujian +3,3% OCP.....	37
Gambar 4.14	Perbandingan grafik <i>charge</i> ke 3 dengan 40 pada pengujian +5,3% OCP.....	38
Gambar 4.15	Perbandingan grafik <i>charge</i> ke 4 dengan 40 pada pengujian +7,3% OCP.....	38
Gambar 4.16	Grafik degradasi kapasitas selama proses <i>discharge</i>	39
Gambar 4.17	Perbandingan grafik <i>discharge</i> ke 1 dengan 40 pada pengujian +3,3% OCP.....	39
Gambar 4.18	Perbandingan grafik <i>discharge</i> ke 1 dengan 40 pada pengujian +5,3% OCP.....	40
Gambar 4.19	Perbandingan grafik <i>discharge</i> ke 1 dengan 40 pada pengujian +7,3% OCP.....	40
Gambar 4.20	Hasil XRD pada elektoda negatif pada (a) sebelum pengujian (b) pengujian +3,3% OCP (c) pengujian +5,3% OCP (d) pengujian +7,3% OCP	42
Gambar 4.21	Hasil XRD pada elektoda positif pada (a) sebelum pengujian (b) pengujian +3,3% OCP (c) pengujian +5,3% OCP (d) pengujian +7,3% OCP	43
Gambar 4.22	Bentuk PbSO ₄ dan aktif material perbesaran 4000 kali pada pengujian +5,35 OCP (a) elektroda negatif (b) elektroda positif.	44
Gambar 4.23	Hasil SEM pada elektoda negatif perbesaran 4000x (a) sebelum pengujian (b) pengujian +3,3% OCP (c) pengujian +5,3% OCP (d) pengujian +7,3% OCP.....	45
Gambar 4.24	Hasil SEM pada elektroda positif perbesaran 4000x (a) sebelum pengujian (b) pengujian +3,3% OCP (c) pengujian +5,3% OCP (d) pengujian +7,3% OCP	46
Gambar 4.25	Grafik jumlah dan besar butir SEM pada elektroda negatif (a) sebelum pengujian (b) +3,3% OCP (c) +5,3% OCP (d) +7,3% OCP. Pada elektroda positif (e) sebelum pengujian (f) +3,3% OCP (g) +5,3% OCP (h) +7,3% OCP.....	47

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kelebihan dan kekurangan baterai VRLA.....	8
Tabel 2.1 Efek negatif pada beberapa metode <i>charge regime</i> [6]..	17
Tabel 3.1 Voltase <i>discharge</i> dan <i>charge</i> pada masing-masing spesimen	26
Tabel 4.1 Degradasi kapasitas pada setiap pengujian	41
Tabel 4.2 Rata-rata besar butir pada masing-masing pengujian....	48

DAFTAR SIMBOL

VRLA	= <i>valve regulated lead acid</i>
OCP	= <i>open circuit potential</i>
Pb	= <i>lead</i>
PbO	= <i>lead oxide</i>
PbO ₂	= <i>lead dioxide</i>
PbSO ₄	= <i>lead oxide sulfate</i>
SHE	= <i>standart hydrogen electrode</i>
PSOC	= <i>partial state of charge</i>
SOC	= <i>state of charge</i>
CV	= <i>constant voltage</i>
CI	= <i>constant current</i>
CICV	= <i>constant current- constant voltage</i>
IC	= <i>intermitten charge</i>
ICC	= <i>interrupted charge control</i>
CICVCV	= <i>constant current- constant voltage- constant voltage</i>

DAFTAR LAMPIRAN

- Lampiran 1 Data kapasitas pada pengujian +3,3%OCP
- Lampiran 2 Data kapasitas pada pengujian +5,3%OCP
- Lampiran 3 Data kapasitas pada pengujian +7,3%OCP
- Lampiran 4 Hasil pengukuran butir dari hasil uji SEM

BAB I

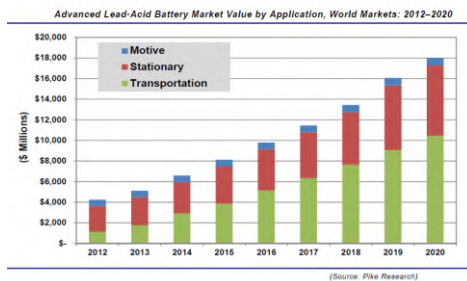
PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Dewasa ini isu pemanasan global membuat negara-negara maju dan negara berkembang mencari alternatif sumber energi terbarukan dan ramah lingkungan. Sehingga alternatif sumber energi terbarukan dapat mengurangi penggunaan energi berbahan bakar fosil.

Energi listrik merupakan salah satu energi yang berperan penting dalam kehidupan masyarakat. Hal ini dikarenakan energi listrik sangat mudah diubah dalam bentuk energi lainnya dan dapat juga disimpan dalam bentuk energi kimia[5].

Baterai merupakan salah satu equipmen yang dapat menyimpan energi listrik dalam bentuk energi kimia. Baterai *lead-acid* merupakan salah satu jenis baterai sekunder yang paling banyak digunakan. Pada tahun 2008 pangsa pasar baterai *lead-acid* mencapai 70% dan pada tahun 2013 pangsa pasar baterai *lead-acid* naik sekitar 142% dibanding tahun 2008[2]. Dari hasil penelitian yang dilansir Pike research pangsa pasar baterai *lead-acid* akan terus naik seperti terlihat pada gambar 1.1 dibawah ini. Ini menunjukkan bahwa potensi pasar akan semakin naik, sehingga perkembangan teknologi pada *lead-acid* baterai sangat diperlukan.



Gambar 1.1 Prediksi nilai penjualan baterai *lead-acid* dari tahun 2012 sampai tahun 2020 untuk sektor transportasi, *stationary*, dan *motive*[7].

Baterai *lead-acid* banyak digunakan karena harganya yang relatif murah. Disamping harganya yang relatif murah baterai ini juga sangat cocok digunakan pada *starter* kendaraan bermotor karena dapat menghasilkan arus yang tinggi. Namun proses *charge* yang tidak sesuai akan menimbulkan kegagalan yang berakibat berkurangnya *life time* dari baterai tersebut[6]. Sehingga perlu dilakukan penelitian pengaruh proses *charge* terhadap kegagalan yang terjadi. Salah satu metode *charge* yang digunakan adalah metode voltase konstan, Karena metode ini menghasilkan lapisan *sufation* yang tipis, sedikit *grid corrosion*, dan *loss water* yang cukup banyak[6]. Pada Baterai VRLA *loss water* yang terjadi dapat di minimalisir, karena gas yang terbentuk akan direkombinasikan lagi menjadi air.

1.2. Rumusan Masalah

Meskipun penelitian tentang baterai *lead-acid* banyak dilakukan. Namun pengaruh voltase pengisian terhadap mode kerusakan baterai masih perlu dilakukan. Menyangkut hubungan besaran variasi voltase terhadap degradasi aktif material baik disisi positif maupun negatif.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Menganalisa pengaruh voltase pengisian baterai *valve regulated lead-acid* terhadap perubahan fasa pada aktif material.
2. Menganalisa pengaruh voltase pengisian baterai *valve regulated lead-acid* terhadap degradasi kapasitas.

1.4. Batasan Masalah

Batasan masalah yang digunakan untuk mempermudah analisa pada penelitian ini adalah:

1. Kondisi tiap sel dianggap sama.
2. Pengujian hanya dilakukan repetisi satu kali.
3. Temperatur ruangan tidak mempengaruhi pengujian.

1.5. Manfaat Hasil Penelitian

Adapun manfaat yang diperoleh dari penelitian ini adalah:

1. Dapat menganalisa perubahan fasa pada aktif material terhadap voltase pengisian.
2. Dapat menganalisa perbedaan degradasi kapasitas terhadap voltase pengisian.
3. Sebagai literatur penelitian selanjutnya.

BAB II

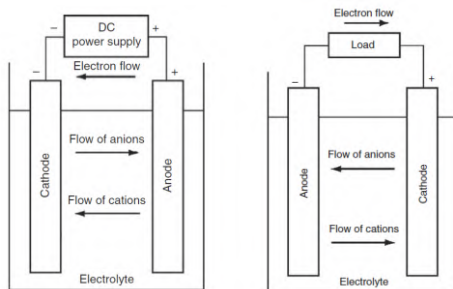
TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Baterai

Baterai adalah sebuah alat yang dapat merubah energi kimia menjadi energi listrik melalui reaksi elektrokimia oksidasi dan reduksi (*redox*). Reaksi terjadi dengan perpindahan elektron dari kutub negatif ke kutub positif. Secara umum baterai terdiri dari satu atau lebih sel yang terhubung secara seri, parallel ataupun gabungan seri-paralel tergantung *output* dari tegangan dan kapasitas [2]. Berikut ini adalah komponen utama baterai pada suatu sel :

1. Elektroda negatif (anoda) disebut juga elektroda pereduksi. Pada elektroda ini terjadi pelepasan elektron ke *external circuit* dan elektroda ini akan teroksidasi selama terjadinya proses reaksi kimia.
2. Elektroda positif (katoda) disebut juga elektroda pengoksidasi. Pada elektroda ini terjadi reaksi oksidasi melalui reaksi kimia dimana elektroda menerima elektron dari eksternal circuit dan elektroda ini akan tereduksi selama terjadinya proses reaksi kimia.
3. Elektrolit. Elektrolit berperan sebagai konduktor ion antara anoda dan katoda selama terjadi proses pengisian (*charge*) dan pengosongan (*discharge*).

Gambar 2.1 menunjukkan reaksi kimia dalam satu sel pada saat proses *charge* dan *discharge*



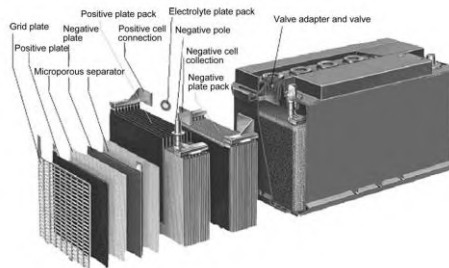
Gambar 2.1 Reaksi elektrokimia pada saat (a) *charge* (b) *discharge* pada 1 sel [2].

Berdasarkan jenisnya baterai dikelompokkan menjadi 2 yaitu baterai primer dan baterai sekunder. Baterai primer (*nonrechargeable battery*) adalah baterai yang tidak dapat diisi muatan listrik kembali. Contoh baterai primer adalah baterai *zinc-carbon* dan baterai *alkaline-manganese*. Baterai sekunder (*rechargeable battery*) adalah baterai yang dapat diisi muatan listrik kembali atau dapat dilakukan proses *charge* dan *discharge* berulang-ulang. Contoh baterai sekunder adalah baterai *lead-acid* dan baterai *lithium-ion*[1].

2.2. Baterai Lead-Acid

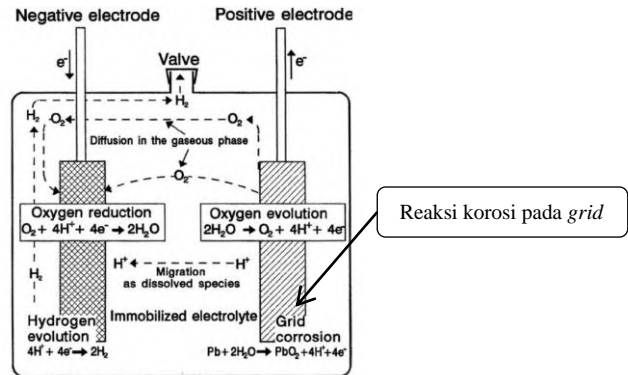
Baterai *lead-acid* termasuk kategori baterai *rechargeable*. Meskipun baterai *lead-acid* mempunyai energi yang sangat rendah jika dibandingkan dengan berat dan volumenya, Tetapi baterai *lead-acid* mampu menghasilkan arus yang relatif lebih tinggi jika dibandingkan dengan beratnya. Disamping harganya yang relatif murah baterai ini juga sangat cocok digunakan pada *starter* kendaraan bermotor karena dapat menghasilkan arus yang tinggi [3].

Baterai *lead-acid* diklasifikasikan menjadi baterai *lead-acid* konvensional dan baterai *valve-regulated lead-acid*. Pada baterai *lead-acid* konvensional hasil gas dari proses reaksi kimia akan terbuang langsung ke atmosfer dan pada *valve-regulated lead-acid* (VRLA) gas hasil reaksi kimia akan direkombinasikan lagi menjadi air [1]. Pada gambar 2.2 dibawah ini merupakan gambar konstruksi baterai VRLA.



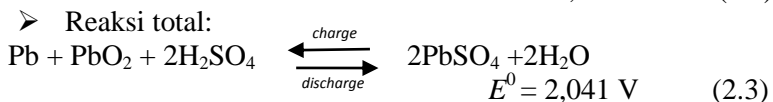
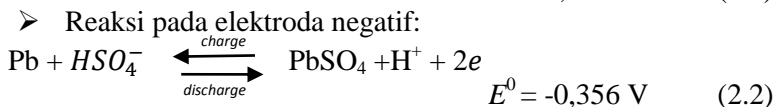
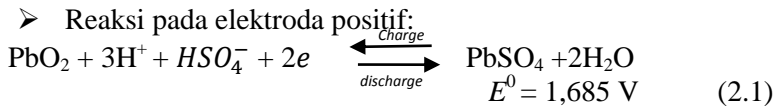
Gambar 2.2 Konstruksi baterai VRLA [4].

Pada baterai VRLA terdapat *one-way pressure relief valve* yang didesain sebagai isolasi suatu sel, *Relief valve* akan terbuka apabila melebihi tekanan maksimumnya. Kondisi *relief valve* akan tertutup pada kondisi normal untuk mencegah masuknya oksigen dari atmosfer ke dalam sel baterai [2]. Gambar 2.3 dibawah ini menunjukkan siklus internal oksigen dalam baterai *valve regulated lead-acid*.

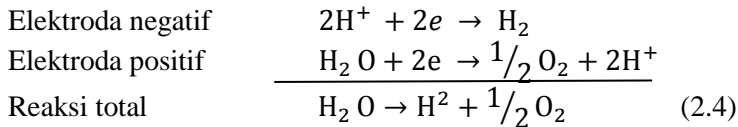


Gambar 2.3 Siklus internal oksigen dalam baterai *valve regulated lead-acid* [7].

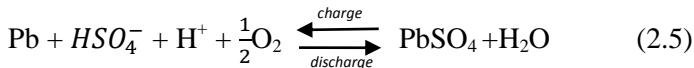
Pada baterai *lead-acid* saat proses *charge* dan *discharge* akan terjadi reaksi kimia antara elektroda dengan elektrolit. Reaksi *reversible* selama proses *charge* dan *discharge* pada elektroda positif dan negatif ditunjukkan pada persamaan 2.1 dan 2.2, dan total reaksinya ditunjukkan persamaan 2.3 [1].



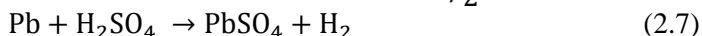
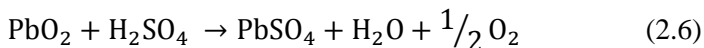
Arus selama pengisian akan dikonversikan ke dalam *lead* (Pb) dan *lead oxide* (PbO₂) secara elektrokimia. Kondisi *full charge* adalah ketika sebagian besar *lead sulfate* (PbSO₄) telah dikonversi semua ke Pb atau PbO₂, pada kondisi ini apabila masih dilakukan *charge* maka akan terjadi *overcharge*. Pada baterai *lead-acid* kondisi *overcharge* akan menghasilkan gas hidrogen dan oksigen sehingga akan terjadi *water loss*. Pada saat terjadi *overcharge* akan menimbulkan gas oksigen dan hidrogen sesuai persamaan 2.4 dibawah ini [2].



Pada baterai VRLA gas oksigen yang terjadi selama *overcharge* akan direkombinasikan lagi menjadi air (H₂O). Oksigen akan bereaksi dengan Pb pada elektroda negatif dan dengan adanya H₂SO₄, maka difusi pada permukaan Pb akan lebih cepat terjadi [1]. Reaksi rekombinasi H₂O ditunjukkan pada persamaan 2.5.



Pada kondisi *equilibrium* normalnya reaksi elektroda cenderung mengarah ke kondisi *discharge*, dengan kata lain pada kondisi *discharge* elektroda menjadi lebih stabil. Apabila baterai tidak digunakan dalam jangka waktu yang lama maka akan mengalami *self-discharge*. *Lead* dan *lead oxide* secara termodinamik berada pada kondisi *unstable* dalam larutan asam sulfat, dan pada kondisi *open circuit*, *Lead* dan *lead oxide* yang bereaksi dengan elektrolit akan cenderung membentuk *lead sulfate*. Pada elektroda positif akan terjadi kenaikan oksigen dan pada elektroda negatif terjadi kenaikan hidrogen. Reaksi *self-discharge* pada elektroda positif ditunjukkan persamaan 2.6 dan pada elektroda negatif ditunjukkan persamaan 2.7.



Laju *self-discharge* tergantung pada temperatur dan konsentrasi asam (Laju semakin tinggi jika kosentrasi asam tinggi). Pada umumnya laju *self-discharge* tidak lebih dari 0,5% perhari pada temperatur 25⁰.

Pada elektroda terdapat aktif material yang berfungsi sebagai penyimpan arus. Aktif material pada elektroda negatif adalah Pb dan pada elektroda positif PbO₂. Aktif material elektroda positif terdapat dua *crystalline modification* yaitu *orthorombic* (α-PbO₂) dan *tetragonal* (β-PbO₂). α-PbO₂ bermuatan lebih positif daripada β-PbO₂ sebesar 0,01 volt. Pada α-PbO₂ struktur kristalnya lebih besar tetapi mempunyai kapasitas (persatuan berat) lebih kecil jika dibandingkan dengan β-PbO₂. Elektroda positif yang mempunyai komposisi α-PbO₂ lebih banyak daripada β-PbO₂ akan memiliki umur siklus yang lebih lama.

Secara umum baterai VRLA memiliki banyak kelebihan, namun baterai VRLA juga masih memiliki banyak kekurangan. Pada tabel 2.1 ditunjukan kelebihan dan kekurangan baterai VRLA.

Tabel 2.1 Kelebihan dan kekurangan baterai VRLA

Kelebihan	Kekurangan
Bebas perawatan	Densitas energi relatif kecil
“State of <i>charge</i> ” dapat ditentukan dari pengukuran voltase	Umur siklus lebih pendek daripada baterai <i>sealed nickel-cadium</i>
Tersedia dari baterai satu sel (2V) sampai baterai besar (48V)	Lebih sensitif terhadap temperatur lingkungan daripada baterai <i>lead acid</i> konvensional.
<i>High-rate capability</i>	
<i>Moderate life time on floating service</i>	
Harga relatif murah	

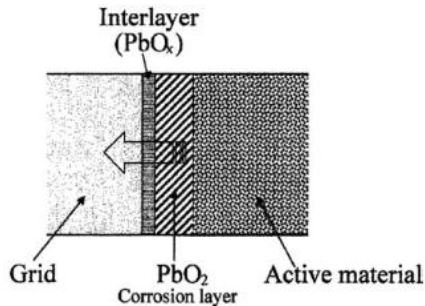
2.3. Kegagalan pada Baterai *Valve Regulated Lead Acid* (VRLA)

Dalam perkembangannya baterai VRLA masih ada beberapa masalah yang belum diselesaikan. Beberapa permasalahan yang terjadi pada baterai VRLA adalah: *grid corrosion*, *gas evolution*, *grid growth* dan *sulphation* pada elektroda negatif dan positif.

2.3.1. *Grid Corrosion*

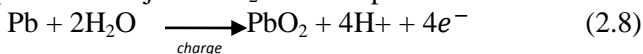
Grid Corrosion merupakan korosi yang terjadi pada *grid*. *Grid corrosion* pada baterai VRLA sangat mempengaruhi umur pemakaian. Pada baterai VRLA kutub-kutub elektroda dan element konduktor lainnya tercelup dalam larutan elektrolit.

Selama proses *charge* akan terjadi reaksi pengurangan air (H_2O) dan kenaikan konsentrasinya ion hidrogen pada elektroda positif. Pada kondisi ini akan terjadi kenaikan konsentrasi asam disekeliling elektroda positif dan kenaikan laju korosi. Pada kondisi ini Pb^{4+} akan menjadi PbO_2 . Lapisan korosi dan *interlayer* pada *grid* elektroda ditunjukkan gambar 2.4.



Gambar 2.4 Lapisan korosi dan lapisan *interlayer* pada *grid* elektroda [8].

Grid corrosion pada elektroda positif akan membuat korosi pada Pb menjadi PbO_2 menurut persamaan 2.8.



Pada awalnya PbO_2 yang dihasilkan merupakan lapisan yang dapat mempertahankan *grid* (Pb) dari korosi yang lebih lanjut. Proses korosi terjadi setelah lapisan pelindung pecah. Konsekuensinya korosi terjadi secara *premature* sedikit demi sedikit dengan laju yang linier.

2.3.2. *Gas Evolution*

Pada kondisi normal gas yang dihasilkan oleh baterai VRLA adalah oksigen dan hidrogen. Gas oksigen dan hidrogen sebagian besar terjadi pada permukaan elektroda dan pori-pori diantara elektroda. Sebab itu di setiap permukaan yang terkontaminasi terlihat seperti ada elemen pengotor efek dari banyaknya gas hidrogen yang terhubung dengan elektroda. Reaksi evolusi hidrogen dan oksigen dapat merusak baterai VRLA selama proses *charge* dan *discharge*. Reaksi evolusi hidrogen dan oksigen disebabkan oleh ketidakefisiensian reaksi rekombinasi, Reaksi evolusi oksigen terjadi pada 1,23 volt, sesuai *standart hydrogen electrode* (SHE).

Reaksi evolusi hidrogen terjadi pada elektroda negatif pada baterai *lead-acid* karena 3 sebab, yaitu :

1. Rekombinasi yang tidak efisien.
2. Korosi pada *grid* elektroda positif.
3. Oksidasi dari beberapa organik.

Oksidasi hidrogen pada elektroda negatif terjadi secara terus menerus sehingga gas hidrogen akan keluar dari baterai. Efek dari laju keluarnya gas hidrogen, oksigen dan juga berlebihan gas yang berevolusi membuat baterai VRLA akan lebih cepat kehilangan kapasitasnya.

2.3.3. *Grid Growth*

Grid pada baterai digunakan sebagai rangka dan sebagai perantara listrik pada material aktif positif dan negatif. Tegangan pada *grid* terjadi akibat penggabungan reaksi elektrokimia. Pada *grid* elektroda positif dari baterai *lead acid* akan terjadi korosi dimana Pb menjadi PbO_2 . Produk hasil korosi (PbO_2) memerlukan volume yang lebih besar daripada Pb.

Volume ekspansi ini menyebabkan gaya mekanik pada *grid* yang menyebabkan deformasi dan tegangan. Deformasi ini disebut pertumbuhan (*growth*).

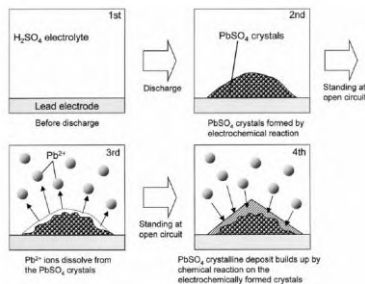
Apabila hasil korosi terlalu banyak maka akan menghasilkan pertumbuhan *grid* dengan jelas. Pada kondisi ini akan terjadi kehilangan kontak antara *grid* dengan aktif material, juga akan meningkatkan kemungkinan terjadinya konsleting dan pada akhirnya akan menimbulkan kegagalan baterai.

2.3.4. Sulfation

Salah satu kegagalan pada baterai VRLA adalah proses pembentukan *lead sulfate* (PbSO_4) yang *irreversible*. Pembentukan *lead sulfate* yang *irreversible* akan mengurangi kapasitas baterai. Ada dua kemungkinan penyebabnya: Pertama, elektroda negatif yang secara efektif terjadi depolarisasi akibat proses rekombinasi oksigen pada baterai *lead-acid*. Kedua, efek dari stratifikasi asam yang dapat menyebabkan proses pembentukan *lead sulfate* yang *irreversible* [1]. Ada beberapa faktor lain yang dapat mempercepat proses *sulfation* diantaranya:

1. *Discharge* dengan arus yang kecil.
2. *Cycling in partial state of charge* (PSOC)
3. *Discharge* dalam waktu yang lama.

Lead sulfate yang terbentuk dalam waktu lama akan sulit terpecah oleh arus *charge* yang diberikan, sehingga akan membentuk *lead sulfate* yang *irreversible*. Pembentukan *lead sulfate* pada *lead electrode* ditunjukkan gambar 2.5.

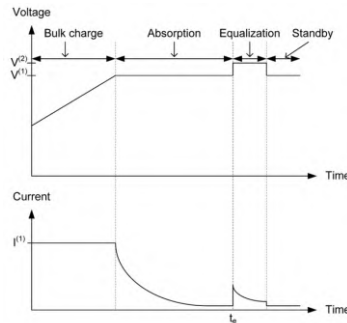


Gambar 2.5 Proses pembentukan *lead sulfate* [10].

2.4. Aturan Pengisian (*Charge Regime*) pada Baterai *Valve Regulated Lead-Acid*

Overcharging dan temperatur yang tinggi dapat menyebabkan kegagalan yang lebih awal pada baterai VRLA. Kegagalan-kegagalan yang timbul karena *overcharging* adalah terjadinya korosi pada elektroda, meningkatnya *water loss*, dan pembentukan *lead sulfat* yang *irreversible*. Metode *charging* yang bagus seharusnya mendekati 100% *state of charge* (SOC) sehingga dapat mengurangi kegagalan-kegagalan tersebut.

Secara ideal *charge regime* terdiri dari 4 mode yaitu mode *bulk charge*, mode *absorption*, mode *equalization*, dan mode *standby*. Mode *charge regime* tersebut ditunjukkan pada gambar 2.6.



Gambar 2.6 Mode ideal pada *charge regime* [6].

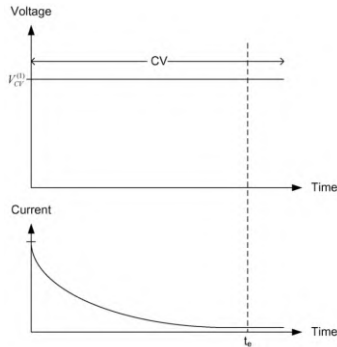
Pada mode *bulk charge*, *charging* dengan arus yang besar dihasilkan dari power maksimum. Pada mode ini terjadi *charging* dengan laju yang tinggi. Pada mode *absorption* baterai di-charge pada tegangan $V^{(1)}$ dengan arus yang semakin turun untuk mengurangi korosi *grid* dan evolusi hidrogen. Pada mode *equalization* terjadi *overcharging* pada tegangan $V^{(2)}$ dalam waktu yang singkat. Pada mode *standby* baterai dijaga pada SOC yang tinggi dan akan terjadi *overcharging* secara kontinyu.

Aturan *charging* diklasifikasikan menjadi 6 yaitu: tegangan konstan (CV), arus konstan (CI), arus konstan-tegangan konstan (CICV), arus konstan-tegangan konstan-tegangan

konstan (CICVCCV), *intermitten charge* (IC), dan *interrupted charge control* (ICC)

2.4.1. Tegangan Konstan (CV)

Salah satu *charge regime* yang paling banyak dipakai di industri transportasi adalah metode *charge* dengan tegangan konstan. Pada metode ini baterai di-charge dengan tegangan $V_{cv}^{(1)}$. Arus *charging* diatur oleh resistansi internal baterai bukan oleh *regulated charger*. *Charging* terjadi dengan arus yang semakin turun. *Charging* selesai pada saat waktu (t_e) ketika arus *charging* stabil. *Charge cycle* dengan tegangan konstan ditunjukkan digambar 2.7



Gambar 2.7 *Charge cycle* untuk tipe tegangan konstan (CV)[6].

Pada baterai *flooded lead-acid* proses *charge* pada voltase yang tinggi akan menyebabkan dekomposisi air, evolusi hidrogen, mempercepat kehilangan berat pada aktif material dan mempercepat proses *grid corrosion*[9].

Keuntungan *charge* dengan metode *constant voltage* adalah:

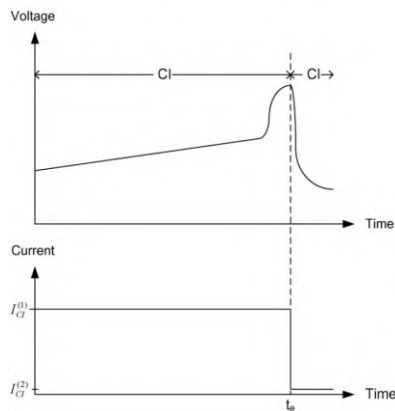
- Dapat meminimalisir *overcharge*
- Voltase *charging* dapat divariasikan untuk metode *charge* cepat atau lambat.
- Hasil voltasenya sangat akurat.

Kerugian *charge* dengan metode *constant voltage* adalah:

- Kapasitas (Ah) dihitung dengan integrasi arus.
- Pada saat *fast recharge* temperatur akan naik dengan cepat.
- Secara umum proses *charge* memerlukan waktu yang lama.

2.4.2. Arus Konstan (CI)

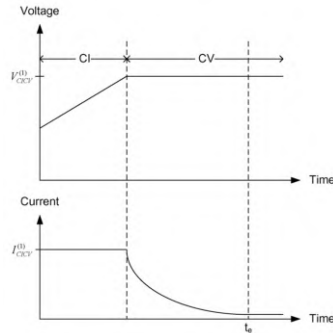
Pada *charge regime* dengan arus konstan (CI) baterai di-charge dengan *bulk current* I_{CI}^1 sampai kondisi *full charge* dan dijaga *overcharging* dengan arus yang kecil I_{CI}^2 . Ketika baterai terjadi *full charge* pada waktu (t_e), maka arus charging akan berganti ke I_{CI}^2 untuk menjaga baterai sedikit *overcharging*. *Charge cycle* dengan arus konstan ditunjukkan digambar 2.8 dibawah ini.



Gambar 2.8 *Charge cycle* untuk arus konstan (CI)[6].

2.4.3. Arus Konstan-Tegangan Konstan (CICV)

Charge regime dengan arus konstan-tegangan konstan (CICV) merupakan metode *charging* yang sangat populer digunakan untuk baterai VRLA. Ada 2 mode dalam *regime* ini yaitu arus konstan (CI) diikuti dengan tegangan konstan (CV). *Charge cycle* dengan arus konstan-tegangan konstan ditunjukkan digambar 2.9 dibawah ini.

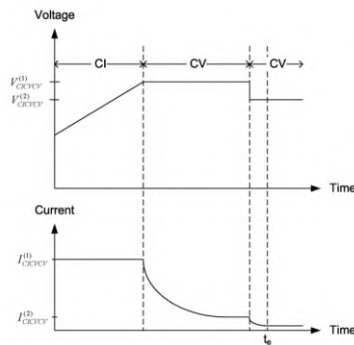


Gambar 2.9 *Charge cycle* untuk arus konstan-tegangan konstan (CICV)[6].

Baterai di-charge pada arus konstan pada mode CI dengan arus *bulk charge* I_{CICV}^1 sampai tegangan mencapai tegangan *regulated charge* V_{CICV}^1 . Kemudian *charging* akan berpindah ke mode CV, dimana baterai akan di-charge dengan arus yang semakin turun.

2.4.4. Arus Konstan-Tegangan Konstan-Tegangan Konstan (CICVCV)

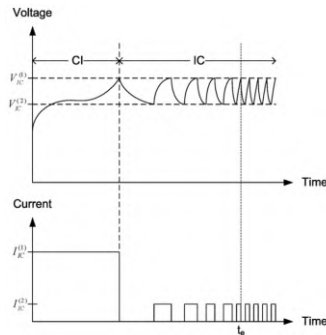
Metode CICVCV ini merupakan perkembangan dari metode CICV *charge regime*. Metode ini menggunakan mode CI, mode high CV, dan mode low CV. *Charge cycle* dengan metode CICVCV ditunjukkan digambar 2.10.



Gambar 2.10 *Charge cycle* untuk tipe CICVCV [6].

2.4.5. *Intermitten Charge (IC)*

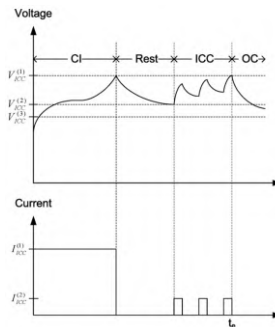
Intermitten charge regime merupakan pengembangan dari *overcharging* yang kontinyu dari CV, CI, CICV, dan CICVCV . Pada IC regime, awalnya baterai di-charge dengan SOC yang tinggi dan SOC dijaga dengan range 100% dengan regulation SOC 95-97%. *Charge cycle* dengan *intermitten charge regime* ditunjukkan digambar 2.11 dibawah ini.



Gambar 2.11 *Charge cycle* untuk tipe IC [6].

2.4.6. *Interrupted Charge Control (ICC)*

Metode ini merupakan perkembangan dari metode IC regime. Metode ini dapat mengurangi *overcharging* dari metode CICV dan menghindari masalah *undercharging* pada IC regime. *Charge cycle* dengan *interrupted charge control* ditunjukkan digambar 2.12 dibawah ini.



Gambar 2.12 *Charge cycle* untuk tipe ICC [6].

Pada ICC *regime* terdapat 4 mode yaitu: mode CI, mode *rest*, mode ICC, dan mode *open circuit* (OC). Pada mode CI baterai di-charge dengan arus *bulk charge* I_{ICC}^1 , pada mode ini SOC dijaga diatas 97%. Ketika tegangan baterai diatas V_{ICC}^1 maka akan berganti ke mode *rest* dengan menggunakan *open circuit* untuk mengurangi internal *resistance* baterai. Ketika tegangan baterai *drop* sampai tegangan V_{ICC}^2 , maka akan berganti ke mode ICC. Ketika tegangan baterai naik lagi sampai tegangan V_{ICC}^2 maka baterai dalam kondisi *full charge* dan akan berganti ke mode OC [6].

Dari beberapa metode *charge regime* memiliki efek negatif terhadap umur baterai. Tabel 2.2 dibawah ini merupakan tabel efek negatif dari metode-metode *charge regime*

Tabel 2.2 Efek negatif pada beberapa metode *charge regime*[6].

<i>Charge Regime</i>	<i>Loss of Water</i>	<i>Grid Corrosion</i>	<i>Sulfation</i>
CV	<i>Significant</i>	<i>Small</i>	<i>Marginal</i>
CI	<i>Moderate</i>	<i>Significant</i>	<i>Marginal</i>
CICV	<i>Small</i>	<i>Small</i>	<i>Marginal</i>
CICVCV	<i>Moderate</i>	<i>Moderate</i>	<i>Marginal</i>
IC	<i>Marginal</i>	<i>Small</i>	<i>Marginal</i>
ICC	<i>Marginal</i>	<i>small</i>	<i>Marginal</i>

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Persiapan Peralatan dan Bahan

Peralatan dan bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

3.1.1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam percobaan dalam penelitian ini adalah:

1. Dua buah baterai VRLA berkapasitas 12V – 3,5Ah
2. Larutan elektrolit
3. Lem epoxy
4. Kain lap

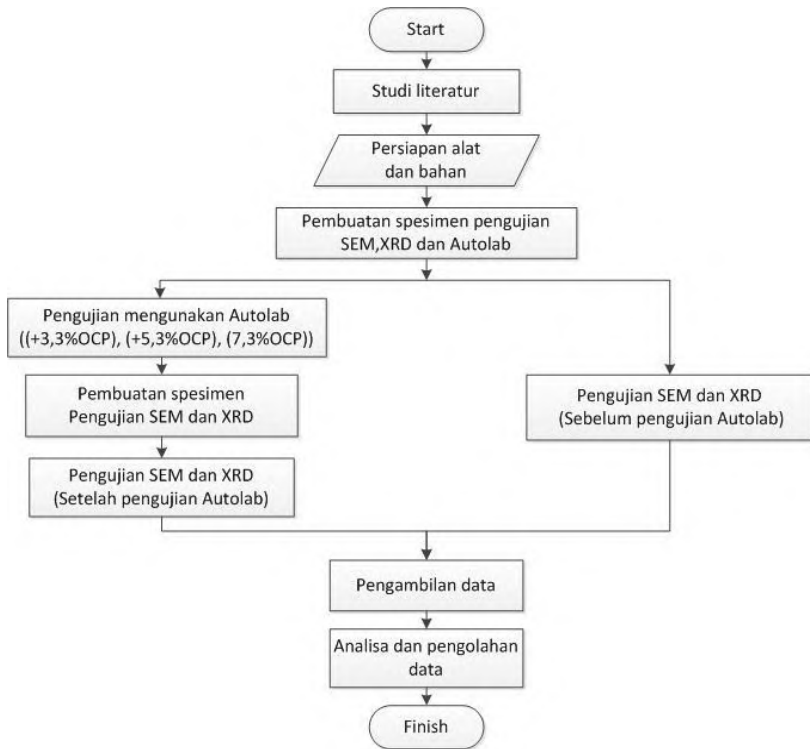
3.1.2. Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah:

1. *Scanning Electron Microscope* (SEM)
2. *X-Ray Defraction* (XRD)
3. Autolab PGSTAT302N
4. Multimeter
5. Gergaji
6. Kikir
7. Penggaris
8. Kamera
9. Tang
10. Obeng
11. Gunting
12. Gerinda

3.2. Diagram Alir Penelitian

Agar penelitian ini dapat mencapai tujuan yang sesuai, maka perlu dilakukan langkah-langkah yang sesuai dengan prosedur pengerjaan sesuai diagram alir (*flowchart*) pada gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian.

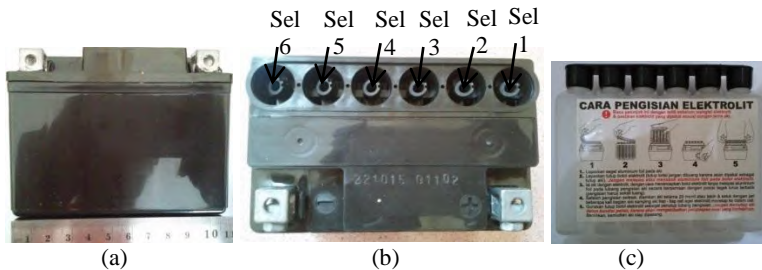
3.3. Pembuatan Spesimen

Spesimen awal yang digunakan dalam pengujian ini adalah baterai VRLA berkapasitas 12V – 3,5Ah yang terdiri dari 6 sel. Spesimen akan dilakukan pengujian dengan menggunakan Autolab. Sebelum dan sesudah dilakukan pengujian dengan Autolab akan dilakukan uji SEM-EDX dan XRD.

3.3.1. Pembuatan Spesimen Pengujian Degradasi Kapasitas Menggunakan Autolab

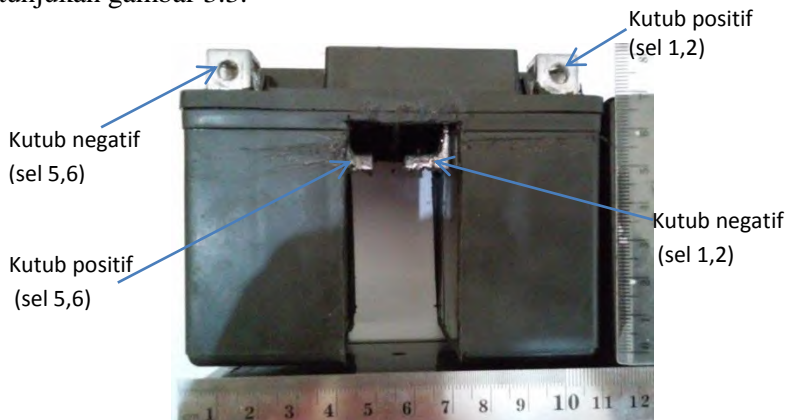
Spesimen awal yang digunakan dalam pengujian dengan Autolab adalah baterai VRLA berkapasitas 12V – 3,5Ah. Saat

pengujian digunakan 2 sel yang berkapasitas 1,17 Ah. Untuk gambar spesimen awal ditunjukkan gambar 3.2.



Gambar 3.2 Spesimen awal (a) tampak samping (b) tampak atas (c) elektrolit

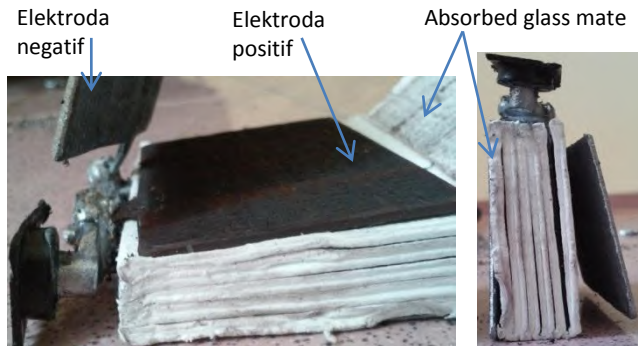
Pada baterai tersebut dilakukan pemotongan sel ke-3 dan ke-4, sehingga sel 1,2 dan sel 5,6 terpisah. Lubang saluran ventilasi bawah pada sel 3 dan 4 ditutup dengan menggunakan lem epoxy. Setelah lem kering sel 1,2 dan sel 5,6 diisi dengan elektrolit. Baterai didiamkan selama 30 menit agar gas yang timbul akibat reaksi dalam baterai terbuang, kemudian lubang pengisian ditutup dengan menggunakan tutup elektrolit. Sekarang terdapat 2 spesimen baterai yaitu pada sel 1,2 dan sel 5,6. Untuk spesimen pengujian degradasi kapasitas menggunakan Autolab ditunjukkan gambar 3.3.



Gambar 3.3 Spesimen pengujian degradasi kapasitas menggunakan Autolab.

3.3.2. Pembuatan Spesimen Uji SEM dan XRD sebelum Pengujian Degradasi kapasitas

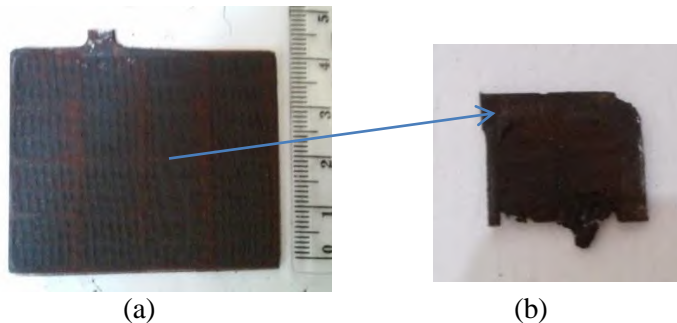
Pengujian SEM dan XRD dilakukan pada aktif material baik disisi negatif dan positif yang diambil dalam 1 sel. Gambar 3.4 berikut ini merupakan susunan elektroda dalam 1 sel.



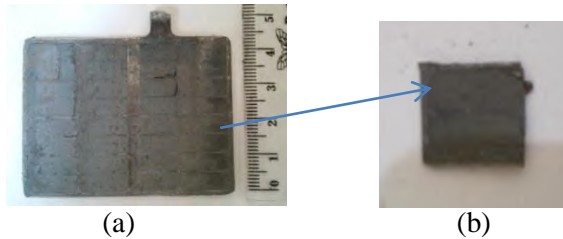
Gambar 3.4 Susunan elektroda dalam 1 sel

3.3.2.1. Pembuatan Sampel Uji SEM

Pada satu sel tersebut diambil elektroda negatif dan elektroda positif untuk dibuat sample uji SEM. Kedua elektroda dipotong menjadi ukuran 1cm^2 . Pembuatan sample untuk elektroda positif terlihat pada gambar 3.5 dan pembuat sampel untuk elektroda negatif terlihat pada gambar 3.6.



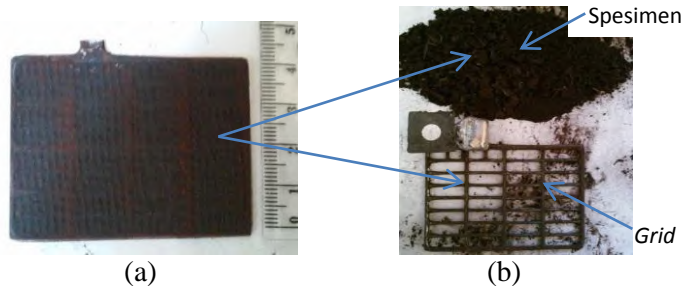
Gambar 3.5 (a) Elektroda positif (b) sampel uji SEM elektroda positif.



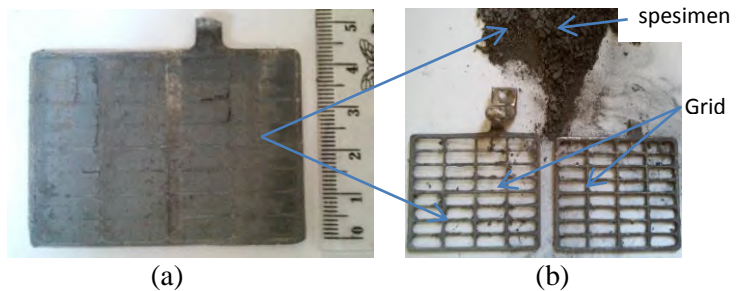
Gambar 3.6 (a) Elektroda negatif (b) sampel uji SEM elektroda negatif

3.3.2.2. Pembuatan Sample Uji XRD

Pada satu sel tersebut diambil elektroda negatif dan elektroda positif untuk dibuat sample uji XRD. Pada uji SEM sample yang digunakan adalah serbuk dari elektroda positif dan elektroda negatif. Pembuatan sample untuk elektroda positif terlihat pada gambar 3.7 dan pembuatan sample untuk elektroda negatif terlihat pada gambar 3.8.



Gambar 3.7 (a) Elektroda positif (b) spesimen uji XRD elektroda positif



Gambar 3.8 (a) Elektroda negatif (b) spesimen uji XRD elektroda negatif

3.3.3. Pembuatan Spesimen Uji SEM dan XRD setelah Pengujian Degradasi Kapasitas

Proses pembuatan sample uji SEM dan XRD setelah pengujian Autolab dan sebelum pengujian Autolab dilakukan menggunakan cara yang sama. Hanya saja spesimen pengujian yang berbeda, pengujian diambil dari elektroda positif dan negatif yang diambil setelah dilakukan pengujian menggunakan Autolab.

3.4. Pengujian Degradasi Kapasitas Menggunakan Autolab

Pengujian menggunakan Autolab dilakukan dengan mengontrol voltase, waktu/durasi dan parameter lainnya yang akan diaplikasikan pada spesimen. Pengujian menggunakan Autolab akan dilakukan di Labolatorium Korosi Teknik Mesin Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Peralatan Autolab ditunjukkan gambar 3.9.



Gambar 3.9 Peralatan Autolab

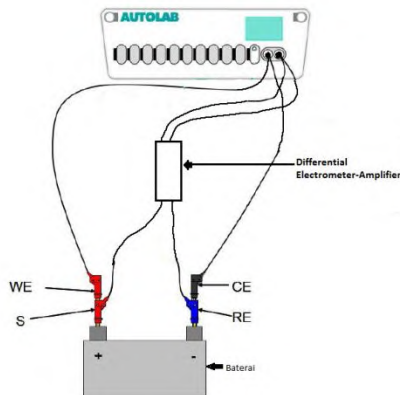
Spesifikasi :

Nama Alat	: Autolab
Merek	: Metrohm Autolab B.V
Tipe	: PGSTAT302N
No Seri	: AUT84992
Negara Pembuat	: Netherlands
Tahun Pembuatan	: 2011

Berikut ini tahapan dalam pengujian menggunakan Autolab

1. Persiapkan spesimen.
2. Hubungkan kabel *counter electrode* (CE) dan kabel *reference electrode* (RE) dengan kutub negatif serta kabel *working electrode* (WE) dan kabel *signal* (S) dengan kutub positif.
3. Nyalakan komputer.
4. Nyalakan Autolab.
5. Tekan tombol *cell-on*.
6. Pilih metode pengujian.
7. Isi parameter voltase, *wait time*, *record signal* dan durasi.
8. Lakukan pengujian dan ambil data.

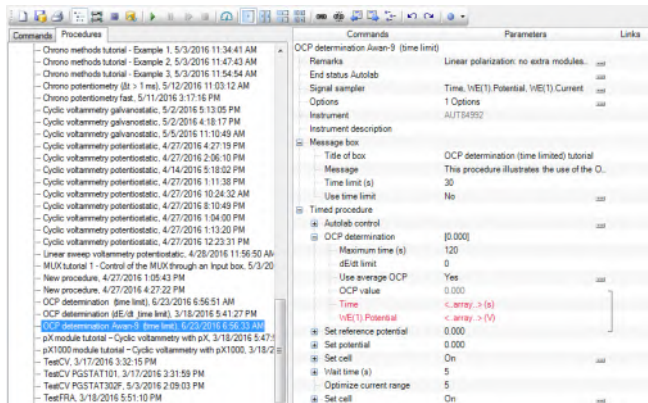
Gambar skema pengujian spesimen menggunakan Autolab ditunjukkan gambar 3.10 dibawah ini.



Gambar 3.10 Skema pengujian spesimen menggunakan Autolab

Pengujian pertama kali dilakukan dengan metode *open circuit potential*. Pengujian dengan metode *open circuit potential* bertujuan untuk mengetahui nilai voltase pada spesimen tanpa adanya pembebanan. Nilai voltase dari pengujian *open circuit potential* ini akan digunakan sebagai acuan untuk menentukan besarnya voltase *charge* dan *discharge*. Pengujian dengan metode

open circuit potential akan dilakukan dengan durasi 120 detik dengan arus 0 Ampere. Gambar 3.11 menunjukkan parameter dalam metode *open circuit potential*.



Gambar 3.11 Parameter pengujian metode *open circuit potential*

Setelah dilakukan pengujian dengan menggunakan metode *open circuit potential* akan dilakukan pengujian dengan metode *chrono charge discharge potentiostatic*. Metode *chrono charge discharge potentiostatic* merupakan suatu metode pengujian pada Autolab dengan mengatur besarnya voltase yang diberikan pada spesimen nilainya konstan atau tidak berubah berdasarkan waktu. Pada metode ini akan dipantau pengaruh voltase yang diberikan pada spesimen terhadap arus yang dihasilkan. Sehingga dari arus yang dihasilkan pada saat proses pengujian, Maka akan didapat besarnya kapasitannya. Besarnya kapasitas yang dihasilkan dalam dihitung dengan persamaan 3.1 dibawah ini.

$$\text{Kapasitas} = \text{Arus yang dihasilkan} \times \text{waktu} \quad (3.1)$$

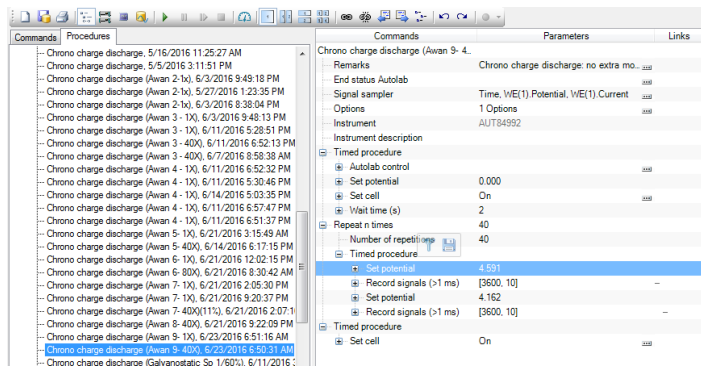
Dalam eksperimen ini digunakan 3 buah spesimen (baterai). Masing-masing spesimen akan dilakukan *discharge* dengan voltase yang sama dan dilakukan *charge* dengan voltase yang berbeda seperti ditunjukkan tabel 3.1. Pengujian ini dilakukan selama 40 siklus, setiap siklus terdiri dari satu kali *charge* dan

satu kali *discharge*. Penentuan voltase baterai ditentukan dari rata-rata OCP dari ketiga spesimen.

Tabel 3.1 Voltase *discharge* dan *charge* pada masing-masing spesimen

	Spesimen Pertama	Spesimen Kedua	Spesimen Ketiga
Voltase <i>Discharge</i>	4,16 volt (-2,7%OCP)	4,16 volt (-2,7%OCP)	4,16 volt (-2,7%OCP)
Voltase <i>Charge</i>	4,42 volt (+3,3%OCP)	4,51 volt (+5,3%OCP)	4,59 volt (+7,3%OCP)
Siklus	40 siklus	40 siklus	40 siklus
Durasi setiap proses	3600 detik	3600 detik	3600 detik

Setelah selesai pengujian dengan metode *chrono charge discharge potentiostatic* akan dilakukan kembali pengujian dengan metode *open circuit potential* lagi. Pengujian ini diperlukan untuk mengetahui nilai perubahan voltase dalam spesimen. Gambar 3.12 menunjukkan parameter dalam metode *chrono charge discharge potentiostatic*.



Gambar 3.12 Parameter pengujian metode *chrono charge discharge potentiostatic*.

Dari pengujian dengan metode *chrono charge discharge* akan didapatkan grafik hubungan antara arus terhadap waktu.

3.5. Pengujian SEM

Untuk mengetahui perubahan morfologi permukaan dari aktif material pada elektroda negatif dan positif setelah pengujian Autolab, maka akan dilakukan uji SEM. Pengujian SEM akan dilakukan di Labolatorium Energi Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Spesifikasi dan gambar peralatan uji SEM ditunjukkan gambar 3.13 dibawah ini.



Spesifikasi:

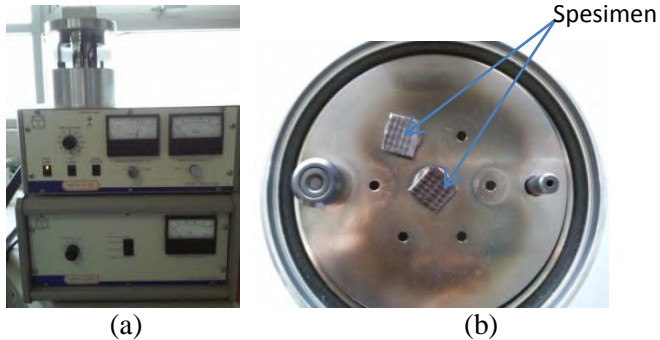
Nama Alat	: <i>Scanning Electron Microscope</i>
Merek	: CARL ZEISS
Tipe	: EVO MA10
No Seri	: EVO10-06-09
Asal Negara	: Inggris
Perolehan	: Tahun 2010

Gambar 3.13 Alat uji SEM

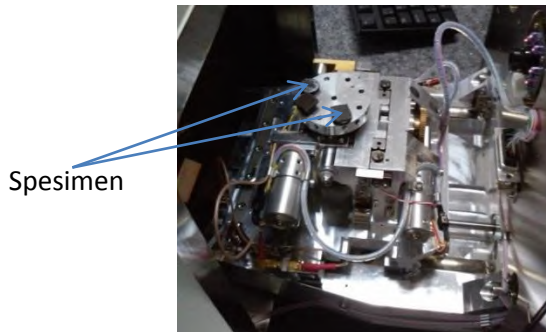
Berikut ini tahapan dalam pengujian SEM

1. Spesimen dibuat dengan luas permukaan 1cm^2 seperti pada gambar 3.4 dan 3.5.
2. Spesimen dibersihkan dengan menggunakan *blower*.
3. Dilakukan *coating* pada spesimen dengan menggunakan alat *sputter coater carbon*. Proses *coating* dilakukan untuk meningkatkan konduktivitas dari spesimen. Gambar alat *sputter coater carbon* ditunjukkan pada gambar 3.14.
4. Nyalakan mesin SEM.
5. Bersihkan *chamber* SEM dengan mengalirkan gas nitrogen dengan tekanan maksimal 0,5 bar.
6. Masukkan spesimen kedalam *chamber* SEM. *Chamber* SEM terlihat pada gambar 3.15

7. *Vacuum*-kan *chamber* SEM.
8. Lakukan pengujian dengan mengatur pembesaran *microscope*.
9. Ambil gambar dan data dari spesimen.



Gambar 3.14 (a) Alat *sputter coater carbon* (b) spesimen setelah dilakukan *coating*



Gambar 3.15 *Chamber SEM*

3.6. Pengujian XRD

Untuk mengetahui fasa baru yang terbentuk dan struktur kristal dari aktif material pada elektroda negatif dan positif setelah pengujian Autolab, maka akan dilakukan uji XRD. Pengujian XRD akan dilakukan di Laboratorium XRD Teknik Material dan Metalurgi Institut Teknologi Sepuluh Nopember dan Laboratorium Terpadu Universitas Diponegoro. Spesifikasi dan gambar peralatan uji XRD ditunjukkan gambar 3.16 dibawah ini.



Gambar 3.16 Alat uji XRD

Spesifikasi:

Nama Alat : X-Ray Diffractometry

Merek : PANalytical

Tipe : X'Pert PRO

Berikut ini tahapan dalam pengujian XRD

1. Persiapkan spesimen. Spesimen uji dalam bentuk serbuk dari material aktif pada elektroda negatif dan positif seperti pada gambar 3.6 dan 3.7.
2. Nyalakan XRD dan komputer
3. Atur tegangan sebesar 40KV dan arus 30mA
4. Masukkan spesimen kedalam *sample stage* pada mesin XRD
5. Lakukan pengukuran dan ambil data

Dari hasil pengujian menggunakan Autolab pada spesimen (baterai) akan didapatkan persentase degradasi kapasitasnya. Dari pengujian XRD yang dilakukan pada aktif material akan didapatkan fasa yang terbentuk, fasa yang terbentuk tersebut akan dibandingkan dengan fasa awal sebelum dilakukan pengujian degradasi kapasitas menggunakan Autolab. Dari pengujian SEM akan didapatkan perubahan morfologi permukaan dari aktif material.

Dari data-data pengujian tersebut akan dianalisa persentase degradasi kapasitas pada setiap spesimen. Dari spesimen yang mengalami degradasi kapasitas yang berbeda akan dianalisa fasa baru yang terbentuk serta bagaimana perubahan permukaan pada aktif materialnya.

BAB IV

Analisa Data dan Pembahasan

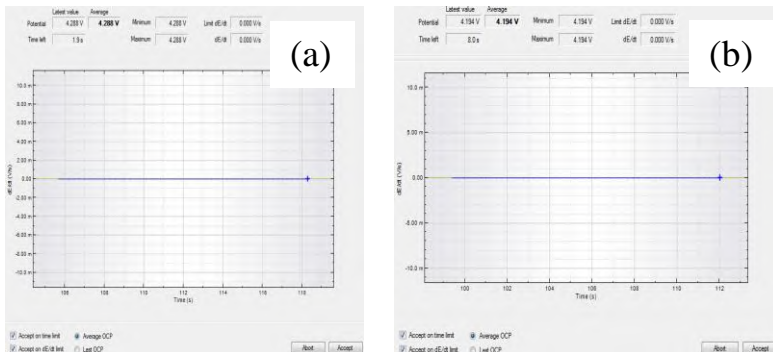
4.1. Hasil Pengujian Degradasi Kapasitas

4.1.1. Data Perbandingan Degradasi Kapasitas

Pengujian dilakukan dengan 3 spesimen selama 40 siklus dengan voltase *charge* yang berbeda-beda (+3,3%OCP, +5,3%OCP, dan +7,3%OCP). Setiap siklus terdiri dari satu kali proses *charge* dan satu kali proses *discharge*, Masing-masing proses berdurasi 3600 detik. Sebelum dilakukan pengujian selama 40 siklus, setiap pengujian dilakukan proses *discharge* selama 3600 detik dengan voltase *discharge* sebesar 4,16 volt (-2,7%OCP). Berikut ini adalah data hasil dari setiap pengujian:

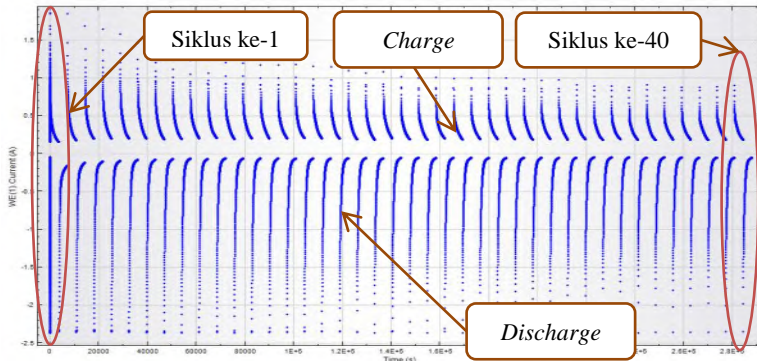
4.1.1.1. Data Pengujian Pada +3,3%OCP

Pada pengujian ini voltase yang digunakan pada proses *charge* adalah 4,42 volt dan *discharge* adalah 4,16 volt. Dari pengujian OCP sebelum dilakukan pengujian *chrono charge discharge* di dapatkan tegangan baterai sebesar 4,29 volt dan pengujian OCP setelah dilakukan pengujian *chrono charge discharge* tegangan baterai menjadi 4,19 volt. Hasil pengujian OCP ditunjukkan gambar 4.1.



Gambar 4.1 Hasil OCP (a) sebelum (b) sesudah pengujian *chrono charge discharge* pada pengujian +3,3% OCP.

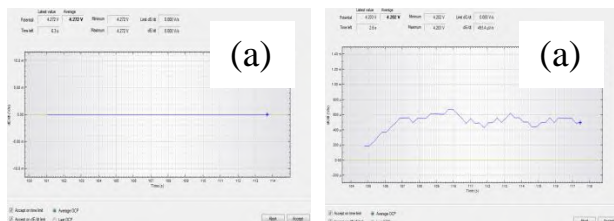
Setelah dilakukan OCP, spesimen dilakukan proses *first discharge* satu kali. Setelah dilakukan *first discharge*, pengujian dilanjutkan dengan *chrono charge discharge* selama 40 siklus. Dari hasil pengujian didapatkan grafik degradasi kapasitas setiap siklus ditunjukkan gambar 4.2.



Gambar 4.2 Grafik degradasi kapasitas setiap siklus pada pengujian +3,3% OCP.

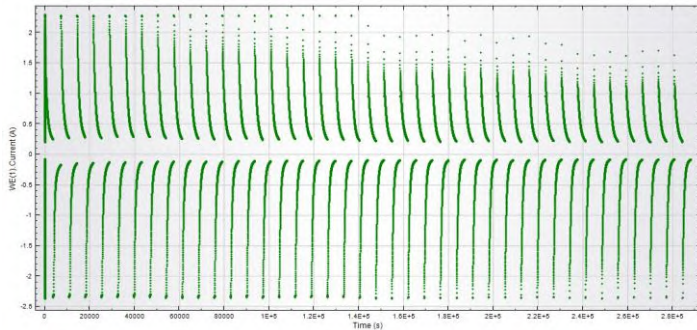
4.1.1.2. Data Pengujian Pada +5,3% OCP

Pada pengujian ini voltase yang digunakan pada proses *charge* adalah 4,51 volt dan *discharge* adalah 4,16 volt. Dari pengujian OCP sebelum dilakukan pengujian *chrono charge discharge* di dapatkan tegangan baterai sebesar 4,27 volt dan pengujian OCP setelah dilakukan pengujian *chrono charge discharge* tegangan baterai menjadi 4,20 volt. Hasil pengujian OCP ditunjukkan gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil OCP (a) sebelum (b) sesudah pengujian *chrono charge discharge* pada pengujian +5,3% OCP.

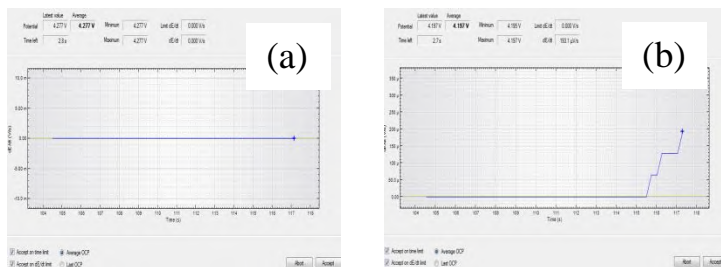
Setelah dilakukan OCP, spesimen dilakukan proses *first discharge* satu kali. Setelah dilakukan *first discharge*, pengujian dilanjutkan dengan *chrono charge discharge* selama 40 siklus. Dari hasil pengujian didapatkan grafik degradasi kapasitas setiap siklus ditunjukkan gambar 4.4.



Gambar 4.4 Grafik degradasi kapasitas setiap siklus pada pengujian +5,3% OCP.

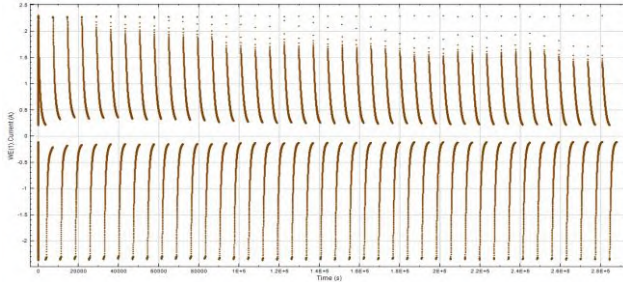
4.1.1.3. Data Pengujian Pada +7,3% OCP

Pada pengujian ini voltase yang digunakan pada proses *charge* adalah 4,59 volt dan *discharge* adalah 4,16 volt. Dari pengujian OCP sebelum dilakukan pengujian *chrono charge discharge* di dapatkan tegangan baterai sebesar 4,28 volt dan pengujian OCP setelah dilakukan pengujian *chrono charge discharge* tegangan baterai menjadi 4,20 volt. Hasil pengujian OCP ditunjukkan gambar 4.5.



Gambar 4.5 Hasil OCP (a) sebelum (b) sesudah pengujian *chrono charge discharge* pada pengujian +7,3% OCP.

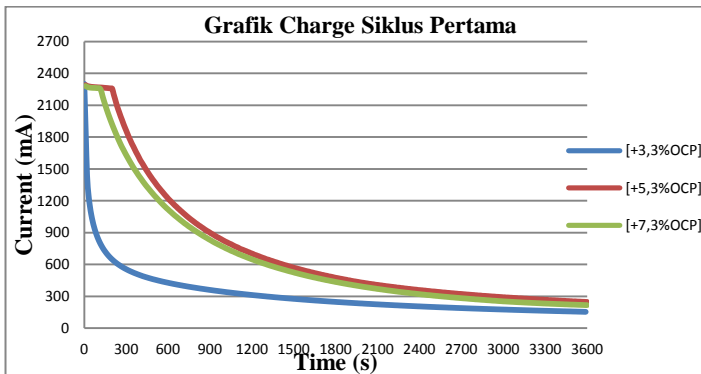
Setelah dilakukan OCP, spesimen dilakukan proses *first discharge* satu kali. Setelah dilakukan *first discharge*, pengujian dilanjutkan dengan *chrono charge discharge* selama 40 siklus. Dari hasil pengujian didapatkan grafik degradasi kapasitas setiap siklus ditunjukkan gambar 4.6.



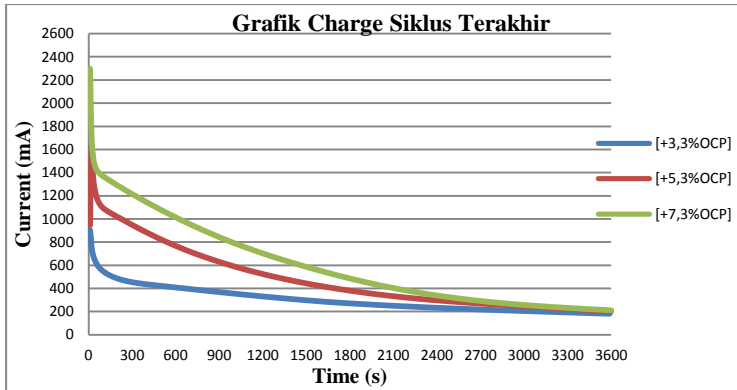
Gambar 4.6 Grafik degradasi kapasitas setiap siklus pada pengujian +7,3% OCP.

4.1.1.4. Perbandingan Grafik Kapasitas Siklus Pertama dan Terakhir

Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus pertama selama proses *charge* ditunjukkan pada gambar 4.7 dan perbandingan grafik siklus terakhir pada proses *charge* ditunjukkan pada gambar 4.8.

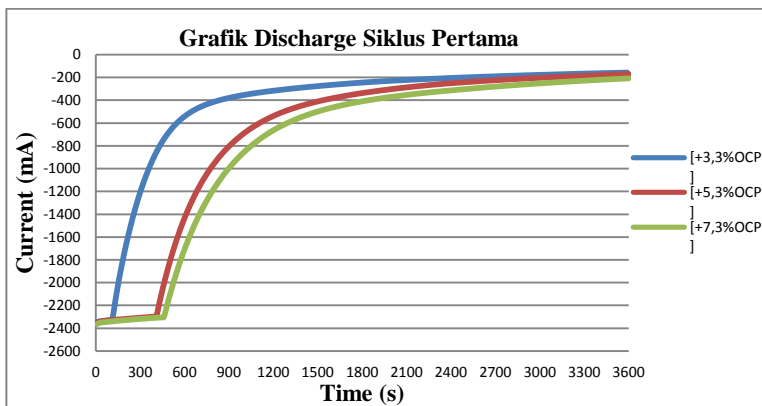


Gambar 4.7 Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus pertama selama proses *charge*

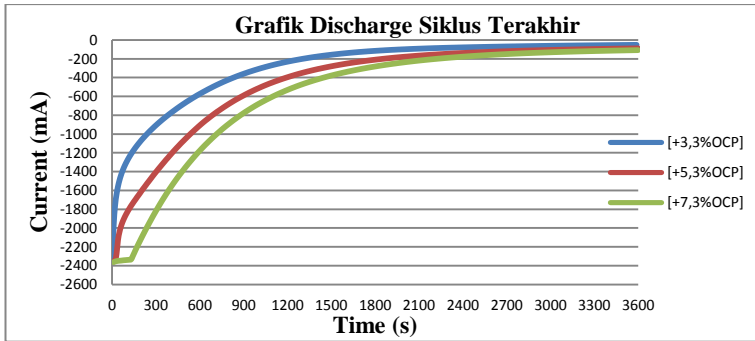


Gambar 4.8 Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus terakhir selama proses *charge*.

Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus pertama selama proses *discharge* ditunjukkan pada gambar 4.9 dan perbandingan grafik siklus terakhir pada proses *discharge* ditunjukkan pada gambar 4.10



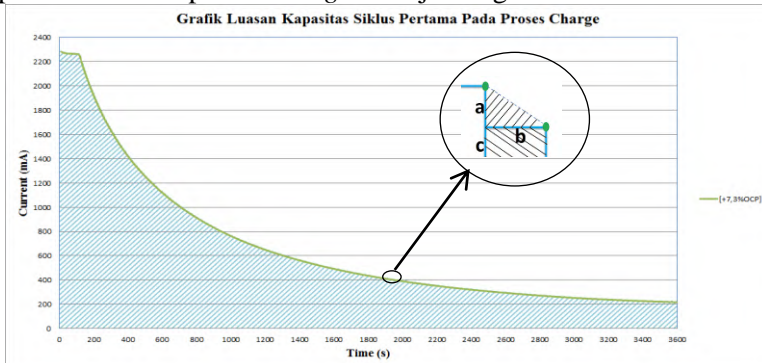
Gambar 4.9 Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus pertama selama proses *discharge*



Gambar 4.10 Grafik perbandingan ketiga pengujian pada siklus terakhir selama proses *discharge*

4.1.2. Analisa Hasil Pengujian Degradasi Kapasitas

Analisa perhitungan kapasitas dilakukan dengan menghitung luasan diluar kurva. Gambar contoh grafik luasan kapasitas siklus pertama selama proses *charge* ditunjukkan gambar 4.11.



Gambar 4.11 Contoh grafik luasan kapasitas siklus pertama selama proses *charge*

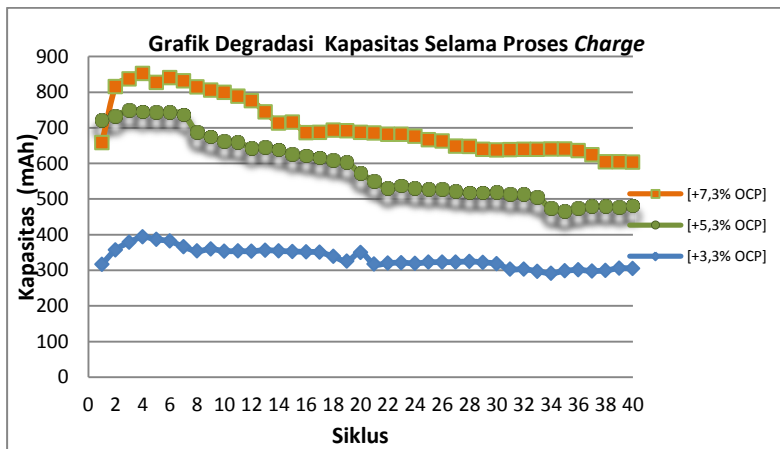
Daerah yang diarsir merupakan daerah luasan kapasitas. Kapasitas dihitung berdasarkan luasan yang dibagi berdasarkan setiap titik data arus yang diperoleh dikalikan dengan waktunya. Rumus perhitungannya adalah:

$$\text{Kapasitas dalam satu record data} = b \times c + (0,5a \times b)$$

Dalam satu kali *charge* atau *discharge* terdapat 360 *record* data, jadi kapasitasnya dihitung dengan penjumlahan dari 360 *record* data. Pada setiap pengujian diperoleh nilai degradasi kapasitas yang berbeda. Berikut ini adalah analisa hasil untuk setiap pengujian:

4.1.2.1. Analisa Degradasi Kapasitas Selama Proses *Charge*

Pada 6 sel baterai berkapasitas 3,5 Ah, Karena jumlah elektroda pada setiap sel baterai sama (terdiri dari 3 elektroda positif dan 4 elektroda negatif), Jadi kapasitas satu sel baterai = $3,5 \text{ Ah} / 6 \text{ sel} = 0,58 \text{ Ah}$. Maka kapasitas spesimen yang digunakan dalam pengujian (2 sel) sebesar 1,17 Ah. Selama proses *charge* setiap pengujian mengalami degradasi kapasitas yang berbeda seperti ditunjukkan gambar grafik 4.12.

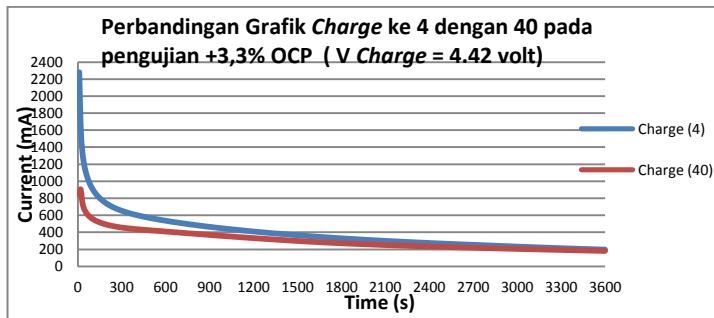


Gambar 4.12 Grafik degradasi kapasitas selama proses *charge*.

Nilai degradasi kapasitas selama proses *charge* pada pengujian +3,3% OCP dihitung dari nilai kapasitas *charge* maksimal (*charge* ke-4) dibandingkan dengan nilai *charge* terakhir (*charge* ke-40).

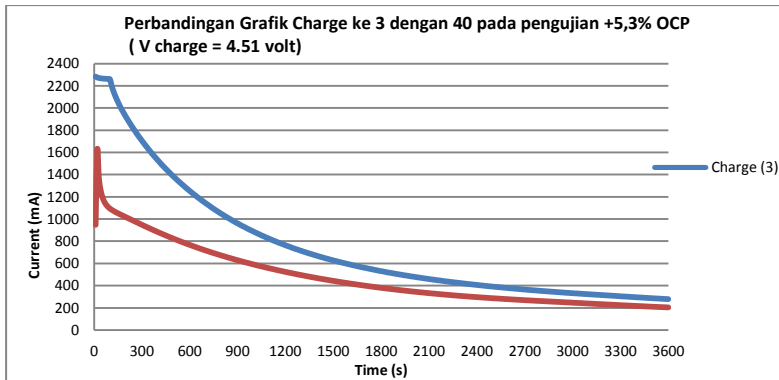
$$\begin{aligned}
 \text{Degradasi kapasitas} &= \frac{\text{Kapasitas siklus charge ke 4} - \text{Kapasitas siklus charge ke 40}}{\text{Kapasitas siklus ke 4}} \\
 &= \frac{393.5277806 - 304.7531972}{393.5277806} = 22.56\%
 \end{aligned}$$

Dari perbandingan grafik tersebut didapatkan nilai degradasi *charge* pada pengujian +3,3% OCP sebesar 22.56%. Perbandingan grafik kapasitas pada siklus *charge* ke 4 dengan 40 ditunjukkan pada gambar grafik 4.13.



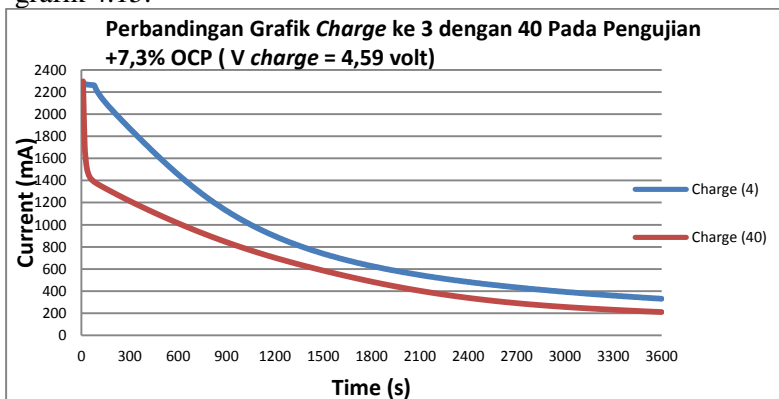
Gambar 4.13 Perbandingan grafik *charge* ke 4 dengan 40 pada pengujian +3,3%OCP.

Nilai degradasi kapasitas selama proses *charge* pada pengujian +5,3%OCP dihitung dari nilai kapasitas *charge* maksimal (*charge* ke-3) dibandingkan dengan nilai *charge* terakhir (*charge* ke-40). Dari perbandingan grafik tersebut didapatkan nilai degradasi kapasitas *charge* pada pengujian +5,3%OCP sebesar 35.84%. Perbandingan degradasi kapasitas pada siklus *charge* ke 3 dengan 40 ditunjukkan pada gambar grafik 4.14.



Gambar 4.14 Perbandingan grafik *charge* ke 3 dengan 40 pada pengujian +5,3%OCP.

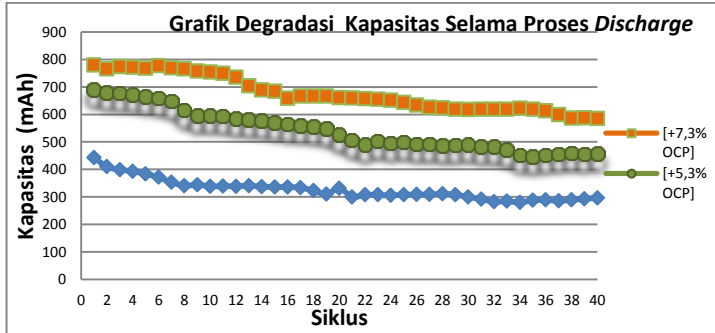
Nilai degradasi kapasitas selama proses *charge* pada pengujian +5,3%OCP dihitung dari nilai kapasitas *charge* maksimal (*charge* ke-4) dibandingkan dengan nilai *charge* terakhir (*charge* ke-40). Dari perbandingan grafik tersebut didapatkan nilai degradasi kapasitas *charge* pada pengujian +5,3%OCP sebesar 27.97%. Perbandingan degradasi kapasitas pada siklus *charge* ke 4 dengan 40 ditunjukkan pada gambar grafik 4.15.



Gambar 4.15 Perbandingan grafik *charge* ke 4 dengan 40 pada pengujian +7,3%OCP.

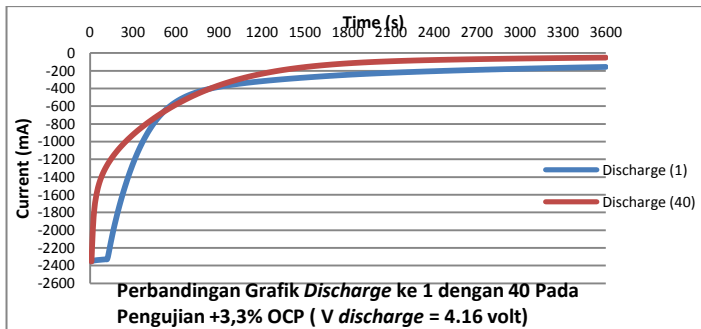
4.1.2.2. Analisa Degradasi Kapasitas Selama Proses *Discharge*

Selama proses *discharge* setiap pengujian mengalami degradasi kapasitas yang berbeda seperti ditunjukkan gambar grafik 4.16.



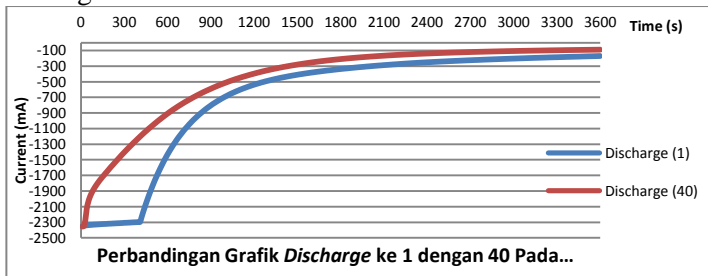
Gambar 4.16 Grafik degradasi kapasitas selama proses *discharge*.

Nilai degradasi kapasitas pada proses *discharge* pada pengujian +3,3%OCP dihitung dari nilai kapasitas *discharge* maksimal (*discharge* ke-1) dibandingkan dengan nilai *discharge* terakhir (*discharge* ke-40). Dari perbandingan grafik tersebut didapatkan nilai degradasi kapasitas *discharge* pada pengujian +5,3%OCP sebesar 32,98%. Perbandingan degradasi kapasitas pada siklus *discharge* ke 1 dengan 40 ditunjukkan pada gambar grafik 4.17.



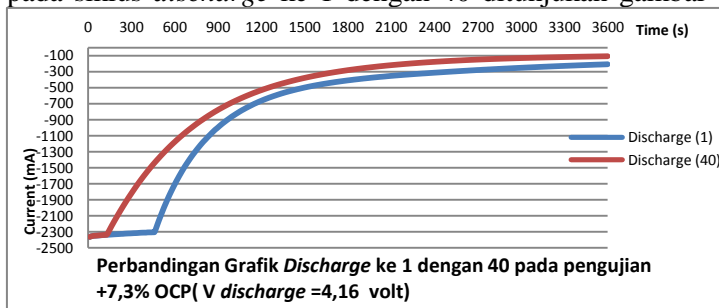
Gambar 4.17 Perbandingan grafik *discharge* ke 1 dengan 40 pada pengujian +3,3%OCP.

Nilai degradasi kapasitas selama proses *discchrage* pada pengujian +5,3%OCP. dihitung dari nilai kapasitas *discharge* maksimal (*discharge* ke-1) dibandingkan dengan nilai *discharge* terakhir (*discharge* ke-40). Dari perbandingan grafik tersebut didapatkan nilai degradasi kapasitas *discharge* pada pengujian +5,3%OCP sebesar 33.83%. Perbandingan grafik degradasi kapasitas pada siklus *discharge* ke 1 dengan 40 ditunjukkan pada gambar grafik 4.18.



Gambar 4.18 Perbandingan grafik *discharge* ke 1 dengan 40 pengujian +5,3%OCP.

Nilai degradasi kapasitas selama proses *discchrage* pada pengujian +5,3%OCP dihitung dari nilai kapasitas *discharge* maksimal (*discharge* ke-1) dibandingkan dengan nilai *discharge* terakhir (*discharge* ke-40). Dari perbandingan grafik tersebut didapatkan nilai degradasi kapasitas *discharge* pada pengujian +5,3%OCP sebesar 24.96%. Perbandingan degradasi kapasitas pada siklus *discharge* ke 1 dengan 40 ditunjukkan gambar 4.19.



Gambar 4.19 Perbandingan grafik *discharge* ke 1 dengan 40 pengujian +7,3%OCP.

Dari masing-masing pengujian didapatkan degradasi kapasitas yang berdeda seperti ditunjukan tabel 4.1.

Tabel 4.1 Degradasi kapasitas pada setiap pengujian

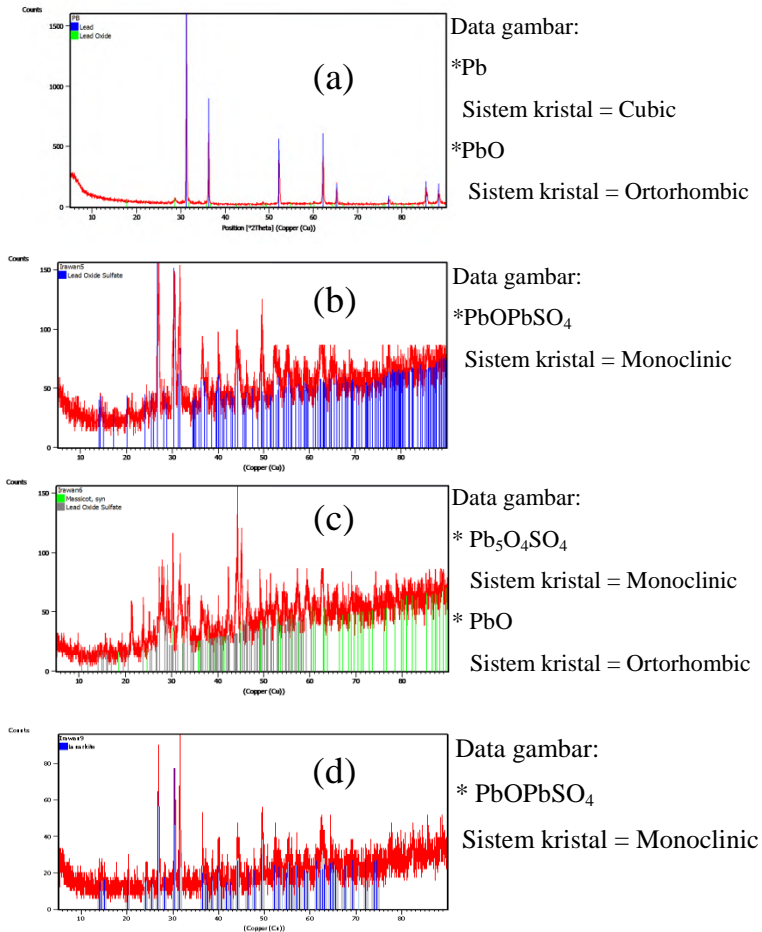
	Pengujian ke-1 (+3,3%OCP)	Pengujian Ke-2 (+5,3%OCP)	Pengujian Ke-3 (+7,3%OCP)
Degradasi Kapasitas <i>Charge</i>	22.56%	35.84%	27.97%
Degradasi Kapasitas <i>Discharge</i>	32.98%	33.84%	24.96%

Pada pengujian +5,3%OCP degradasi kapasitas terjadi paling besar, Degradasi ini dikarenakan pada pengujian tersebut pembentukan *lead sulfate* paling banyak dibandingkan dengan pengujian lainnya, seperti ditunjukan gambar 4.23 dan 4.24. Banyaknya *lead sulfate* yang menutupi aktif material inilah yang akan menghambat ion berdifusi dengan aktif material sehingga akan menyebabkan degradasi kapasitas. Selain pembentukan *lead sulfate* juga terjadi korosi seperti ditunjukan gambar 4.20 dan 4.21. Korosi ini akan menghambat aliran elektron dari *grid* ke aktif material yg juga menyebabkan degradasi kapasitas. Pada pengujian ini hasil dari pengujian +5,3%OCP dapat dikatakan terjadi pembentukan *lead sulfate* dan korosi yang paling merugikan jika dibandingkan pengujian +3,3%OCP dan +7,3%OCP.

4.2. Hasil Pengujian XRD

4.2.1. Data dan Hasil Analisa XRD Pada Elektroda Negatif Masing-Masing Spesimen

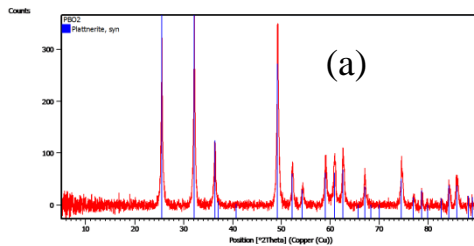
Dari hasil uji XRD didapatkan perubahan fasa yang berbeda tiap spesimen. Perubahan fasa yang terjadi pada elektroda negatif masing-masing spesimen ditunjukan gambar 4.20



Gambar 4.20 Hasil XRD pada elektoda negatif pada (a) sebelum pengujian (b) pengujian +3,3% OCP (c) pengujian +5,3% OCP (d) pengujian +7,3% OCP

4.2.2. Data dan Hasil Analisa XRD Pada Elektroda Positif Masing-Masing Spesimen

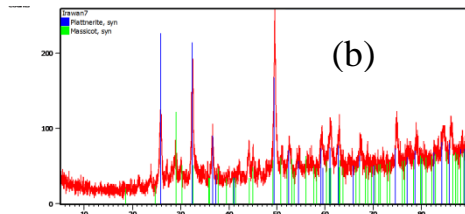
Hasil XRD pada elektroda positif juga menghasilkan perubahan fasa yang berbeda pada masing-masing spesimen seperti ditunjukkan gambar 4.21.



Data gambar:

* PbO_2

Sistem kristal = Tetragonal



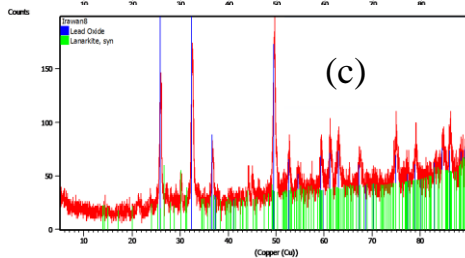
Data gambar:

* PbO_2

Sistem kristal = Tetragonal

* PbO

Sistem kristal = Ortorhombic



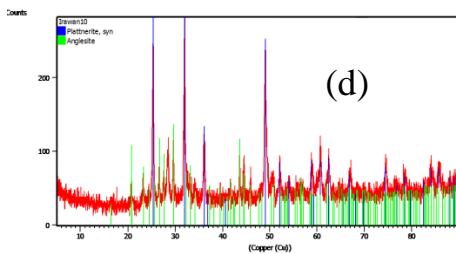
Data gambar:

* PbO_2

Sistem kristal = Tetragonal

* $\text{Pb}_2\text{O}(\text{SO}_4)$

Sistem kristal = Monoclinic



Data gambar:

* PbO_2

Sistem kristal = Tetragonal

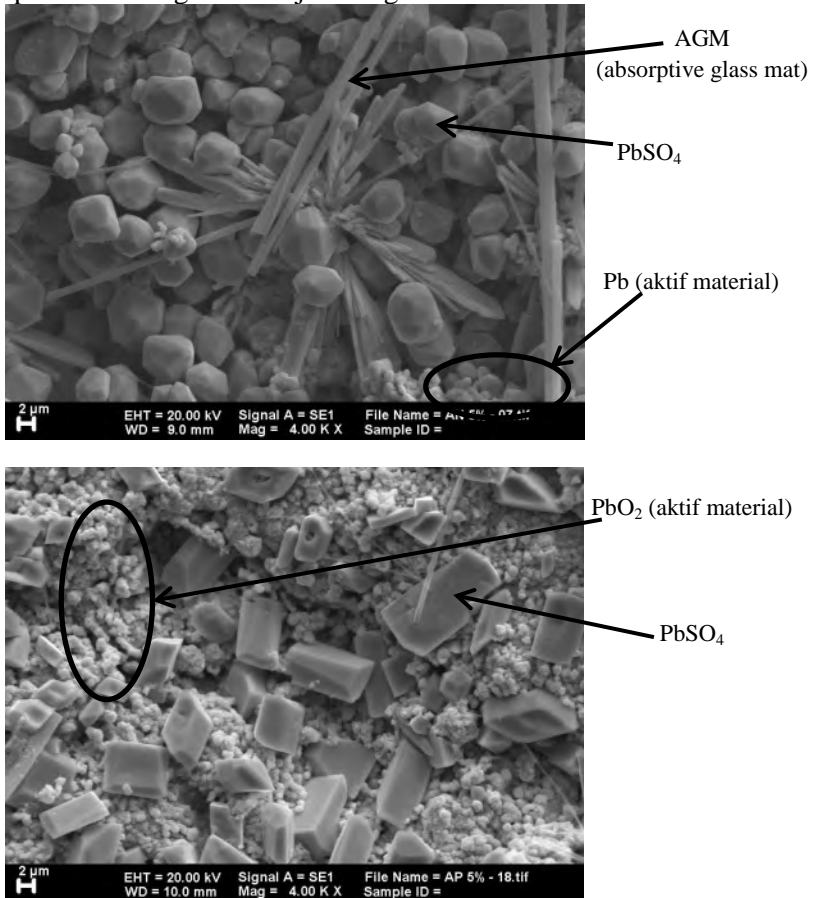
* PbSO_4

Sistem kristal = Ortorhombic

Gambar 4.21 Hasil XRD pada elektoda positif pada (a) sebelum pengujian (b) pengujian +3,3% OCP (c) pengujian +5,3% OCP (d) pengujian +7,3% OCP.

4.3. Hasil pengujian SEM

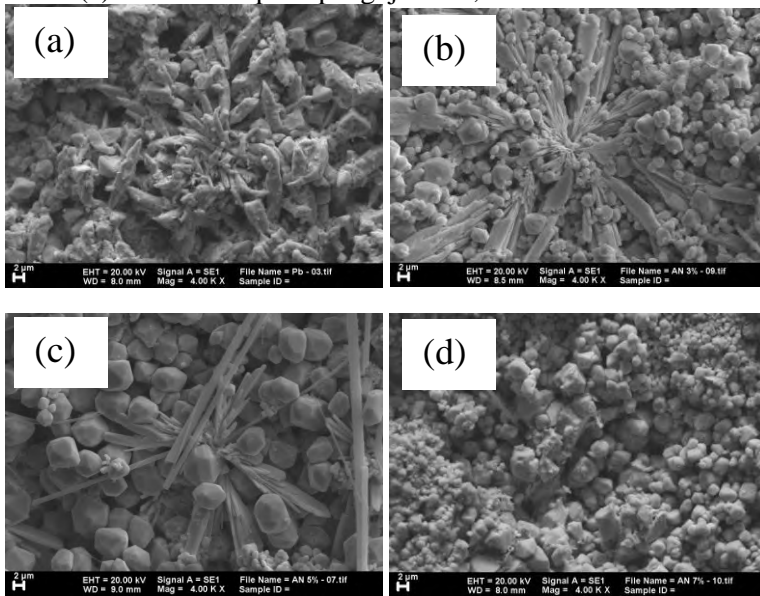
Dari hasil pengujian SEM akan terlihat fasa PbSO_4 yang terjadi pada elektroda negatif maupun elektroda positif. Gambar yang menunjukkan aktif material dan juga PbSO_4 pada elektroda positif dan negatif ditunjukkan gambar 2.2 berikut ini.



Gambar 4.22 Bentuk PbSO_4 dan aktif material perbesaran 4000 kali pada pengujian +5,35OCP (a) elektroda negatif (b) elektroda positif

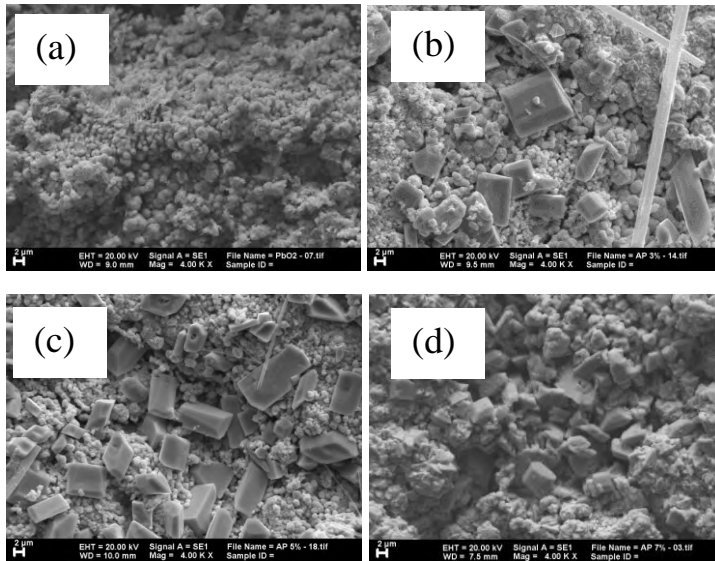
4.3.1. Data Perbandingan Pengujian SEM

Pengujian SEM dilakukan setelah pengujian selama 40 siklus, proses terakhir dalam siklus ini adalah proses *discharge*. Pada hasil SEM terlihat morfologinya berbeda pada masing-masing spesimen dan juga masing-masing elektoda. Pada setiap spesimen dilakukan SEM dengan perbesaran 4000 kali. Hasil SEM pada aktif material elektoda negatif ditunjukkan pada gambar 4.23 (a) Hasil SEM sebelum pengujian (b) Hasil SEM pada pengujian +3,3% OCP (d) Hasil SEM pada pengujian +5,3% OCP (e) Hasil SEM pada pengujian +7,3% OCP.



Gambar 4.23 Hasil SEM pada elektoda negatif dengan perbesaran 4000 kali (a) sebelum pengujian (b) pengujian +3,3% OCP (c) pengujian +5,3% OCP (d) pengujian +7,3% OCP.

Hasil SEM pada aktif material elektoda positif ditunjukkan pada gambar 4.24 (a) Hasil SEM sebelum pengujian (b) Hasil SEM pada pengujian +3,3% OCP (d) Hasil SEM pada pengujian +5,3% OCP (e) Hasil SEM pada pengujian +7,3% OCP.



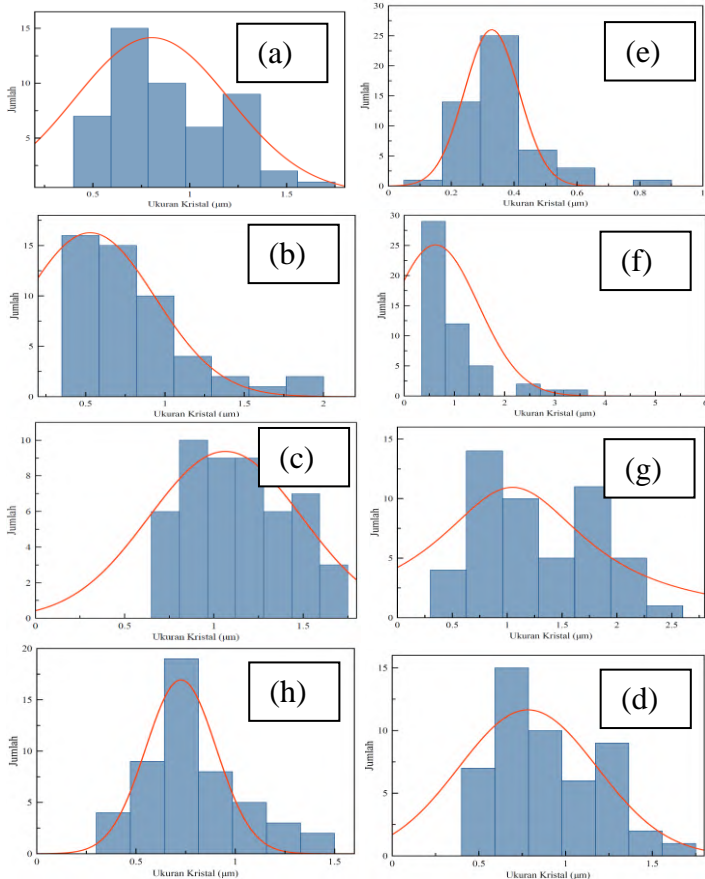
Gambar 4.24 Hasil SEM pada elektroda positif dengan perbesaran 4000 kali (a) sebelum pengujian (b) pengujian +3,3% OCP (c) pengujian +5,3% OCP (d) pengujian +7,3% OCP.

4.3.2. Analisa Hasil Pengujian SEM

Dari hasil SEM yang dilakukan pada masing-masing elektroda memperlihatkan perbedaan besar butir dari aktif material. Besar butir diukur manual berdasarkan skala yang digunakan dalam SEM. Setiap spesimen diambil 50 butir yang kemudian diukur diameternya.

Dari uji SEM terlihat jumlah dan ukuran butir baru yang paling besar terlihat pada pengujian +5,3% OCP, ini menandakan bahwa pembentukan *lead sulfate* dominan dibandingkan pada pengujian lainnya. Pada pengujian +3,3% OCP *lead sulfate* yang terbentuk secara umum berdiameter lebih besar jika dibandingkan pada pengujian lainnya, namun jumlah butir *lead sulfate* lebih sedikit jika dibandingkan pada pengujian +5,3% OCP. Kondisi yang paling sedikit berbeda dari spesimen awal (sebelum

pengujian) adalah pada pengujian +7,3%OCP, ini menandakan perubahan jumlah dan ukuran butir *lead sulfate* sangat minimal. Perbedaan grafik jumlah dan besar butir aktif material pada masing-masing pengujian ditunjukkan pada gambar 4.25.



Gambar 4.25 Grafik jumlah dan besar butir aktif material pada elektroda negatif (a) sebelum pengujian (b) +3,3%OCP (c) +5,3%OCP (d) +7,3%OCP. Pada elektroda positif (e) sebelum pengujian (f) +3,3%OCP (g) +5,3%OCP (h) +7,3%OCP.

Besar butir aktif material yang besarnya lebih dari spesimen awal merupakan fasa *lead sulfate*. Rata-rata besar butir aktif material pada setiap pengujian ditunjukkan tabel 4.2.

Tabel 4.2 Rata-rata besar butir aktif material pada masing-masing pengujian.

	Spesimen awal	Pengujian +3,3% OCP	Pengujian +5,3% OCP	Pengujian +7,3% OCP
Elektroda positif (μm)	0.353	0.960	1.283	0.891
Elektroda negatif (μm)	0.655	0.816	1.144	0.768

4.4. Diskusi

Kapasitas pada proses *charge* pada 4 siklus pertama mengalami kenaikan dikarenakan pada kondisi tersebut elektrolit (H_2SO_4) belum bereaksi sempurna dengan aktif material, setelah bereaksi sempurna nilai kapasitas akan semakin turun (mulai siklus kelima). Sedangkan kapasitas pada proses *charge* langsung turun pada siklus pertama, ini terjadi karena pada proses *discharge* (pengosongan) lebih mudah dilakukan. Proses *discharge* lebih mudah karena kondisi *equilibrium* cenderung ke arah *discharge* (pembentukan *lead sulfate*). Pada perhitungan degradasi kapasitas terlihat bahwa penurunan degradasi *charge* terendah mulai pada pengujian +3,3% OCP, +7,3% OCP dan pengujian +5,3% OCP, Sedangkan penurunan degradasi *discharge* terendah mulai pada pengujian +7,3% OCP, +3,3% OCP dan degradasi tertinggi pada pengujian +5,3% OCP.

Dari hasil pengujian SEM besarnya perubahan morfologi dan rata-rata besar butir terkecil pada setiap elektoda mulai pada pengujian +7,3% OCP, +3,3% OCP dan paling besar pada +5,3% OCP. Besar butir *lead sulfate* pada pengujian +7,3% OCP paling kecil dikarenakan voltase *charge* yang besar, sehingga *lead sulfate* yang terbentuk selama *discharge* akan terpecah oleh voltase *charge* tersebut. Penyebab besar butir pada pengujian

+5,3%OCP lebih besar daripada pengujian +3,3%OCP masih belum diketahui.

Perubahan fasa yang menyebabkan degradasi kapasitas adalah terbentuknya fasa *lead sulfate* yang irreversible, korosi dan juga *water loss*. Dari hasil uji XRD pada aktif material jumlah fasa baru yang terbentuk paling banyak pada pengujian +5,3%OCP (Pb_2OSO_4 , $\text{Pb}_5\text{O}_4\text{SO}_4$, dan PbO), pengujian +3,3%OCP (PbOPbSO_4 dan PbO), dan pengujian +7,3%OCP (PbOPbSO_4 dan PbSO_4).

Pada eksperimen ini hasil terlihat bahwa metode *charge* dan *discharge* paling bagus pada pengujian +7,3%OCP (*charge* = 4,59 volt dan *discharge* = 4,16 volt). Hal ini juga didukung dari data SEM bahwa pada pengujian +7,3%OCP mempunyai jumlah dan perubahan besar butir paling kecil dan dari data XRD pada pengujian +7,3%OCP terbentuk korosi yang bergabung dengan *lead sulfate* (PbOPbSO_4). Besar butir *lead sulfate* pada pengujian +7,3%OCP berdiameter cukup kecil. *Lead sulfate* tersebut dapat diasumsikan bersifat *reversible*, Sehingga hanya sedikit berpengaruh terhadap degradasi kapasitas dari spesimen. Pada eksperimen ini menunjukkan pengujian +5,3%OCP terjadi degradasi paling besar ini dikarenakan pembentukan *lead sulfate* paling banyak sehingga lebih banyak menutupi luasan aktif material yang menghambat ion untuk berdifusi dengan aktif material.

Lampiran 1 Data kapasitas pada pengujian +3,3%OCP

Tabel 1 Data kapasitas pada pengujian +3,3%OCP selama 40 siklus

Siklus	Kapasitas <i>Charge</i> (mAh)	Kapasitas <i>Dischrage</i> (mAh)
1	316.88	442.29
2	357.47	409.67
3	378.73	398.74
4	393.53	393.34
5	386.62	383.06
6	381.82	371.38
7	365.72	353.23
8	354.04	340.58
9	359.72	344.36
10	353.82	338.62
11	354.07	339.40
12	353.43	338.55
13	356.59	340.57
14	354.28	337.40
15	352.93	335.74
16	351.63	335.34
17	350.50	333.31
18	338.73	322.51
19	325.82	309.99
20	349.91	330.86
21	317.33	300.16
22	319.99	307.44
23	321.60	307.39
24	319.34	305.78
25	322.52	307.84
26	322.70	308.39
27	323.17	308.99
28	324.73	310.98
29	322.38	308.13

Lanjutan 1

Siklus	Kapasitas <i>Charge</i> (mAh)	Kapasitas <i>Discharge</i> (mAh)
30	318.17	299.68
31	303.02	291.58
32	303.02	282.70
33	297.24	284.30
34	291.50	279.54
35	298.45	287.57
36	301.15	288.68
37	298.01	285.77
38	299.51	288.68
39	305.95	293.07
40	304.75	296.43

Lampiran 2 Data kapasitas pada pengujian +5,3%OCP

Tabel 2 Data kapasitas pada pengujian +5,3%OCP selama 40 siklus

Siklus	Kapasitas <i>Charge</i> (mAh)	Kapasitas <i>Dischrage</i> (mAh)
1	721.38	690.19
2	733.39	678.22
3	749.69	676.44
4	745.65	670.76
5	744.06	664.63
6	743.44	658.38
7	737.49	648.09
8	686.55	614.80
9	674.88	595.93
10	662.89	595.30
11	659.75	592.94
12	643.56	584.76
13	646.19	581.11
14	638.34	577.76
15	626.84	569.35
16	622.34	564.25
17	616.17	559.77
18	608.64	554.42
19	603.14	547.90
20	571.75	525.49
21	550.28	505.81
22	529.37	490.85
23	537.39	501.99
24	530.60	495.00
25	528.19	498.27
26	528.45	491.40
27	521.14	491.69
28	517.90	485.95
29	518.06	486.92

Lanjutan 1

Siklus	Kapasitas <i>Charge</i> (mAh)	Kapasitas <i>Dischrage</i> (mAh)
30	519.64	489.70
31	513.67	482.93
32	513.43	482.79
33	505.37	470.45
34	473.54	451.50
35	466.02	445.92
36	474.28	451.08
37	479.79	454.99
38	479.09	457.53
39	477.69	454.84
40	481.04	456.67

Lampiran 3 Data kapasitas pada pengujian +7,3%OCP

Tabel 3 Data kapasitas pada pengujian +5,3%OCP selama 40 siklus

Siklus	Kapasitas <i>Charge</i> (mAh)	Kapasitas <i>Dischrage</i> (mAh)
1	657.99	779.96
2	815.73	765.47
3	837.00	773.20
4	852.35	770.95
5	826.68	767.85
6	840.48	777.61
7	831.44	769.31
8	814.48	765.88
9	805.16	757.70
10	799.42	754.41
11	788.17	748.72
12	775.43	734.77
13	744.23	703.44
14	712.89	688.14
15	715.88	684.05
16	685.76	658.29
17	686.84	666.35
18	692.71	666.44
19	691.27	665.95
20	687.23	660.86
21	684.66	659.62
22	681.23	656.88
23	681.15	655.20
24	676.32	651.85
25	666.34	642.96
26	662.31	633.81
27	648.41	626.21
28	646.93	623.73
29	638.98	619.03

Lanjutan 1

Siklus	Kapasitas <i>Charge</i> (mAh)	Kapasitas <i>Dischrage</i> (mAh)
30	637.49	617.63
31	637.99	618.63
32	639.34	619.02
33	639.44	619.01
34	640.27	621.68
35	639.74	618.60
36	635.40	612.72
37	623.95	598.54
38	604.24	586.00
39	603.77	587.03
40	602.94	585.26

Lampiran 4 Hasil pengukuran butir dari hasil uji SEM

Tabel 4 Hasil pengukuran butir dari hasil uji SEM

Kondisi Awal (μm)		Pengujian +3,3%OCP (μm)		Pengujian +5,3%OCP (μm)		Pengujian +7,3%OCP (μm)	
Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif
0.45	0.50	0.90	3.05	1.50	1.85	1.00	1.40
0.80	0.50	0.95	2.50	1.20	1.90	0.75	1.05
0.60	0.05	0.90	1.75	1.45	1.55	1.15	1.40
0.75	0.60	0.75	2.30	1.10	1.80	1.40	0.90
0.60	0.40	1.15	1.15	1.40	1.90	0.75	1.10
0.90	0.25	1.10	1.25	1.25	1.55	0.65	0.95
0.65	0.30	0.75	1.20	1.15	1.65	0.70	1.25
0.80	0.30	1.20	1.50	1.10	1.00	1.20	1.00
1.00	0.40	0.70	1.70	1.65	1.70	0.85	1.25
0.70	0.35	0.75	0.85	1.35	1.15	1.25	1.20
1.00	0.90	0.90	1.30	1.05	1.75	0.70	0.80
0.70	0.65	0.55	0.70	0.75	2.60	1.50	1.25
0.65	0.50	0.60	1.20	1.50	2.25	0.90	0.70
0.70	0.25	1.50	1.25	1.10	1.70	0.70	1.20
1.25	0.30	0.95	1.70	1.45	1.65	0.75	0.70
1.00	0.35	1.00	1.10	1.30	1.70	0.70	0.85
1.00	0.40	0.65	1.00	1.30	2.15	0.65	0.75
0.75	0.40	0.70	3.65	1.20	0.75	0.60	0.55

Kondisi Awal (μm)		Pengujian +3,3%OCP (μm)		Pengujian +5,3%OCP (μm)		Pengujian +7,3%OCP (μm)	
Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif
0.70	0.40	0.65	0.65	1.45	1.15	0.70	1.00
0.70	0.40	0.70	0.95	1.10	1.15	0.90	0.80
0.55	0.40	0.70	0.50	0.95	1.10	0.75	0.90
1.05	0.50	0.50	0.90	1.25	1.00	0.65	0.50
0.55	0.40	0.55	0.55	0.90	0.90	0.85	0.70
0.45	0.25	0.75	0.60	1.35	2.15	1.10	0.65
0.55	0.30	1.25	0.45	1.15	1.10	1.20	0.95
0.55	0.20	0.90	0.65	1.00	1.45	1.00	1.20
0.55	0.25	0.70	0.45	1.15	0.65	0.70	1.20
0.50	0.55	0.55	0.55	0.95	0.80	0.50	0.95
0.55	0.40	0.45	0.50	1.60	2.00	0.75	0.75
0.45	0.45	0.45	0.50	0.90	1.50	0.70	0.90
0.65	0.20	0.70	0.50	0.65	1.00	0.85	0.65
0.45	0.35	0.35	0.75	0.85	0.90	0.50	0.50
0.60	0.35	0.45	0.50	1.20	1.95	1.00	0.60
1.30	0.25	0.50	0.80	1.00	1.25	0.90	0.65
0.70	0.25	2.00	0.55	1.10	1.90	0.85	1.05
0.40	0.30	0.75	0.50	1.30	0.75	0.45	1.25
0.40	0.40	1.40	0.55	0.95	0.80	0.65	1.75
0.55	0.25	0.45	0.50	0.90	0.85	0.65	1.30
0.40	0.20	0.50	0.50	0.95	0.95	0.55	0.55

Kondisi Awal (μm)		Pengujian +3,3%OCP (μm)		Pengujian +5,3%OCP (μm)		Pengujian +7,3%OCP (μm)	
Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif	Elektroda Negatif	Elektroda Positif
0.50	0.20	0.50	0.50	0.95	0.80	0.65	0.75
1.30	0.30	0.55	0.50	1.25	0.45	0.60	0.85
0.55	0.30	1.75	0.50	0.65	0.90	0.50	0.60
0.35	0.30	1.85	0.60	1.50	1.05	0.90	0.75
0.30	0.30	0.60	0.55	0.90	0.80	0.50	0.75
0.45	0.35	0.45	0.50	0.65	0.30	0.75	0.60
0.35	0.25	0.95	0.95	1.05	0.30	0.40	0.75
0.60	0.25	0.50	0.45	0.80	1.30	0.30	1.00
0.45	0.30	0.55	0.65	1.75	0.95	0.30	0.55
0.25	0.45	0.85	0.35	1.45	0.45	0.55	0.40
0.75	0.20	1	0.90	0.80	0.95	0.55	0.45
$\bar{X} = 0.655$	$\bar{X} = 0.353$	$\bar{X} = 0.816$	$\bar{X} = 0.960$	$\bar{X} = 1.144$	$\bar{X} = 1.283$	$\bar{X} = 0.768$	$\bar{X} = 0.891$

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Degradasi kapasitas yang terjadi diakibatkan pembentukan *lead sulfate* dan korosi yang menghambat ion untuk berdifusi dan menghambat aliran elektron. Pada kondisi ini pembentukan *lead sulfate* berbanding terbalik dengan pembentukan korosi. Semakin tinggi voltase maka semakin banyak korosi yang terbentuk korosi, namun semakin kecil *lead sulfate* yang terbentuk, begitu pula sebaliknya.

1. Pada pengujian ini degradasi kapasitas *charge* paling besar secara berurutan adalah: pengujian +5,3%OCP sebesar 33.83%, pengujian +3,3%OCP sebesar 32.98%, pengujian +7,3%OCP sebesar 24.96%
2. Pada pengujian ini degradasi kapasitas *discharge* paling besar secara berurutan adalah: pengujian +5,3%OCP sebesar 35.84%, pengujian +7,3%OCP sebesar 27.98%, pengujian +3,3%OCP sebesar 22.56%.
3. Dari hasil uji XRD fasa yang terbentuk pada setiap pengujian adalah:
 - 1) Pengujian +3,3%OCP. Pada elektroda positif terbentuk fasa PbO_2 dan PbO , sedangkan pada elektroda negatif terbentuk fasa PbOPbSO_4 .
 - 2) Pengujian +5,3%OCP. Pada elektroda positif terbentuk fasa PbO_2 dan $\text{Pb}_2\text{O}(\text{SO}_4)$, sedangkan pada elektroda negatif terbentuk fasa $\text{Pb}_5\text{O}_4\text{SO}_4$ dan PbO .
 - 3) Pengujian +7,3%OCP. Pada elektroda positif terbentuk fasa PbO_2 dan PbSO_4 , sedangkan pada elektroda negatif terbentuk fasa PbOPbSO_4 .
4. Dari hasil uji SEM rata-rata besar butir *lead sulfate* masing-masing pengujian adalah:

- 1) Pengujian +3,3%OCP. Pada elektroda positif rata-rata besar butirnya 0,960 μm , sedangkan pada elektroda negatif rata-rata besar butirnya 0,816 μm .
- 2) Pengujian +5,3%OCP. Pada elektroda positif rata-rata besar butirnya 1,283 μm , sedangkan pada elektroda negatif rata-rata besar butirnya 1,144 μm .
- 3) Pengujian +7,3%OCP. Pada elektroda positif rata-rata besar butirnya 0,891 μm , sedangkan pada elektroda negatif rata-rata besar butirnya 0,768 μm .

Hasil dari pengujian ini terlihat pembentukan butir *lead sulfate* terbesar pada pengujian +5,3%OCP, +3,3%OCP, dan terkecil pada pengujian +7,3%OCP, sehingga degradasi terbesar terjadi pada butir *lead sulfate* paling besar yaitu pada pengujian 5,3%OCP. Degradasi terkecil pada pembentukan butir *lead sulfate* paling kecil yaitu pada pengujian +7,3%OCP.

5.2. Saran

1. Bagi peneliti selanjutnya bisa melakukan repetisi pengujian untuk mengetahui besarnya eror pada masing-masing pengujian.
2. Bagi peneliti selanjutnya bisa meneliti pengaruh durasi *charge* dan *discharge* dengan terhadap *life time* baterai.
3. Bagi peneliti selanjutnya juga bisa meneliti pengaruh tekanan *relief valve* terhadap *life time* baterai.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Halici, Safak. “Development of Lead Alloys for Valve-Regulated Lead-Acid (VRLA) Batteries” , Middle East Technical University, 2010 .
- [2] T.B. Reddy, D. Linden, “Linden’s handbook of batteries” (2011).
- [3] Lead-Acid battery.
https://en.wikipedia.org/wiki/Lead%E2%80%93acid_battery
(diakses 18 April 2016)
- [4] Pavlov, detchko, “ Lead-Acid Batteries Science and Technology” , Elsevier 2011
- [5] Euis Jubaedah, Abdul Hamid Budiman, Kajian Roadmap Pengembangan Energy Storage untuk Smart Grid System, (2013).
<http://repositori.bppt.go.id/index.php?action=download&dir= data%2FDownload%2FBUKU+PTKKE%2F2013&item=Final+Report+Roadmap+Baterai.pdf&order=name&srt=yes&lang=en>. (diakses 20 April 2016).
- [6] Wong Y.S, Hurley W.G, Wolfle W.H “ Charge Regime for Valve-Regulated Lead-Acid Batteries” , Elsevier 2008
- [7] Navigant, Pike Research, Advanced Lead-Acid Batteries, (n.d.) <http://www.navigantresearch.com/wp-content/uploads/2012/12/ALAB-12-Executive-Summary.pdf>. (diakses 24 April 2016)
- [8] Kiehne H.A “Battery Technology Handbook” , Expert Verlag 2003
- [9] D.A.J. Rand “ Valve-regulated Lead-Acid Batteries” , Elsevier 2004

- [10] Dambrowski, Jonny “ About The Challenges For Charging Techniques With Lead-acid Batteries In The Automotive Industry”, Deutronic Elektronik GmbH, Adlkofen, Germany

BIODATA PENULIS



Awan Nugroho dilahirkan di Madiun pada tanggal 17 juni 1988. Penulis merupakan putra pertama dari dua bersaudara.

Penulis memulai pendidikan di SDN 1 Gunungsari kabupaten Madiun dan lulus pada tahun 2001. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di SMP N 1 Nglames kabupaten Madiun dan lulus pada tahun 2004. Kemudian penulis melanjutkan pendidikan di SMK N 1 Madiun dengan jurusan Teknik Otomotif dan lulus pada tahun 2007. Setelah itu penulis melanjutkan jenjang pendidikan Diploma 3 di Politeknik Negeri Malang (POLINEMA) dengan jurusan Teknik Mesin dan dinyatakan lulus pada tahun 2010. Setelah lulus penulis bekerja di TJB Power Services, Salah satu unit usaha dari MEDCO Power Indonesia yang bergerak dalam industri perawatan dan perbaikan pembangkit listrik berkapasitas 2 x 660MW. Pada tahun 2014 penulis memutuskan untuk melanjutkan pendidikan Strata 1 di Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) dan dinyatakan lulus pada tahun 2016. Penulis berharap ilmu yang didapatkan dikemudian hari dapat berguna bagi agama dan juga bagi perkembangan industri di Indonesia.